



# Effet des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un superalliage base nickel élaboré par métallurgie des poudres

Alice Dumont

## ► To cite this version:

Alice Dumont. Effet des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un superalliage base nickel élaboré par métallurgie des poudres. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013. Français. NNT : 2013ENMP0064 . pastel-00963714

**HAL Id: pastel-00963714**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00963714>**

Submitted on 21 Mar 2014

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

**Doctorat ParisTech**

**T H È S E**

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École nationale supérieure des mines de Paris**

**Spécialité Sciences et Génie des Matériaux**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Alice DUMONT**

le 17 décembre 2013

**Effet des paramètres de traitements thermiques sur  
la microstructure et les propriétés mécaniques d'un superalliage  
base nickel élaboré par métallurgie des poudres**

Directeur de thèse : **Luc RÉMY**

Co-encadrement de la thèse : **Loïc NAZÉ et Alain KÖSTER**

**Jury**

**Mme Patricia DONNADIEU**, Directeur de recherche CNRS, SIMAP, Grenoble INP-UJF

**Mme Christine SARRAZIN-BAUDOUX**, Directeur de recherche CNRS, Institut P', ENSMA

**M. Alain HAZOTTE**, Professeur, LEM3, Université de Lorraine

**M. Jean-Yves GUÉDOU**, Direction des matériaux et procédés, SAFRAN

**M. Luc RÉMY**, DRCE CNRS, Centre des Matériaux, Mines ParisTech

**M. Loïc NAZÉ**, Maître-assistant, Centre des Matériaux, Mines ParisTech

**M. Alain KÖSTER**, Ingénieur de recherche, Centre des Matériaux, Mines ParisTech

**M. Didier LOCQ**, Ingénieur de recherche, DMSM, ONERA

Présidente

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

Invité

**T  
H  
È  
S  
E**





# Remerciements

Cette étude n'aurait jamais pu être réalisée sans l'aide précieuse de plusieurs personnes à qui je souhaite ici exprimer toute ma reconnaissance.

Ce travail a été réalisé au Centre des Matériaux de Mines-ParisTech en collaboration étroite avec SNECMA, groupe SAFRAN.

En tout premier lieu, je voudrais remercier mon directeur de thèse, Luc Rémy, pour son expertise et les longues discussions que nous avons eues. Je remercie tout particulièrement les personnes qui ont encadré ce travail au quotidien : Loïc Nazé pour m'avoir appris la métallurgie des superalliages base nickel, pour les très nombreuses observations en MET et les non moins nombreuses discussions, et Alain Köster pour m'avoir aidée à comprendre et à réaliser ces essais longs et difficiles, et pour son sens de l'humour quelque peu déconcertant.

Je remercie Alain Hazotte et Christine Sarrazin-Baudoux pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail. Je remercie également Patricia Donnadiou d'avoir examiné ce travail et présidé le jury de thèse.

Je souhaite remercier mon partenaire industriel SAFRAN SNECMA, et plus particulièrement Jean-Yves Guédou et Jean-Michel Franchet, ainsi que Didier Locq de l'ONERA avec qui j'ai apprécié de travailler.

J'adresse mes remerciements à tout le personnel du Centre des Matériaux qui a contribué à la réussite de ce projet.

Tout d'abord, je remercie Matthieu et Steve pour leur aide en salle d'essais, mais aussi pour leur bonne humeur. Je remercie également les membres de l'équipe CHT : Vincent Maurel, Jean-Loup Strudel, Michel Boussuge et Sylvain Gailliege. Merci également à Julien et Romain. Merci à Thomas d'avoir participé à l'aventure des essais de propagation de fissure. Un grand merci à Frédéric Adamski pour son aide, ses conseils précieux et sa bonne humeur.

Un immense merci à l'Atelier : René Cluzet, Christophe Meurin, Georges Cassas et Jean-Pierre Etourneau. Ils n'ont pas compté leurs heures pour usiner des dizaines et des dizaines d'éprouvettes toujours impeccables.

Je remercie Maria Betbeder et Fabrice Gaslain pour m'avoir formée à l'utilisation des MEB, pour leur aide et leurs conseils. Je remercie Brigitte Raviart, Karine Vieilleigne, Joseph Valy, Djamel Missoum et Franck Nguyen pour leur aide dans leur domaine de compétences respectif.

Je tiens à remercier tous ceux que j'ai côtoyé aux cours de ces années passées au Centre des Matériaux : Yves Bienvenu, Jérôme Crépin, Anne Laurent, Nicole Fabrègue, Lynh-Thy Mingault, Yann Auriac, Cédric Toussaint, Grégory Sainte-Luce, Olivier Delhomme, Gérard Brabant, Franck Bluzat, Julie Heurtel, Abdenmour Meddour, Régis Clément, Mohamed Sennour, Catherine Rouil, Liliane Locicero, Odile Adam, Sarojinee Bonneville, Konaly Sar, Véronique Diamantino, Véronique Matos, Sandrine Laurent-Fontaine... Merci aussi à Troy, pour les cours d'anglais.

Je remercie sincèrement tous mes collègues de bureau B102 pour l'entraide, leur soutien, leur sens de l'humour et pour avoir rendu le quotidien très agréable pendant ces années : Meriadeg, Faten, Aurélie, Huaidong, Henri et Flora.

Je remercie chaleureusement tous ceux que j'ai rencontré au cours de cette longue et riche expérience : Auréliane, Stéphane, Clara, Jarmila, Laureline, Minghao, Romain, Olivier, Manu, Pierre S., Pierre O., Mathieu, Henri-Alexandre, Meriem, Damien, Morgane, Charlotte, Justin, Toinou, Caroline, Melchior, Franck, Philipe, Mélanie, ...

Je remercie tout particulièrement ceux qui ont fait le déplacement pour me soutenir le jour J : Arnaud, Nicolas et Thomas, mais aussi à ceux qui n'ont pas pu venir mais auraient bien voulu : Rafael, Lydie...

J'ai une pensée particulière pour toute ma famille : mes parents, Marie-Thérèse, ma sœur et mon petit frère. Merci pour votre soutien.

Merci à toi David, pour m'avoir suivie dans cette folle aventure, pour m'avoir soutenue et surtout supportée ! Je te dois beaucoup. Merci d'être à mes côtés.

Enfin, à tous ceux qui n'ont cessé de me demander : « Alors, elle est fini cette thèse ? », je peux maintenant vous répondre : « Oui !!! ».





## TABLE DES MATIÈRES

<b>Introduction.....</b>	<b>9</b>
<b>Chapitre 1 - L'alliage N19.....</b>	<b>11</b>
1.1 Les superalliages base nickel polycristallins pour disques de turbine .....	12
1.2 Microstructure et mécanismes de renforcement des superalliages base nickel polycristallins .....	15
1.2.1 Matrice $\gamma$ .....	15
1.2.2 Précipités $\gamma'$ .....	16
1.2.3 Carbures et borures.....	21
1.2.4 Joints de grains .....	22
1.2.5 Phases Topologiquement Compactes (TCP).....	22
1.3 Développement de l'alliage N19.....	24
1.3.1 Contexte.....	24
1.3.2 Spécifications industrielles.....	24
1.3.3 Mise au point de la composition chimique .....	25
1.3.4 Composition chimique retenue.....	26
1.4 Optimisation des propriétés mécaniques.....	27
1.4.1 Traitements thermomécaniques.....	27
1.4.2 Traitements thermiques.....	28
1.4.2.1 Mise en solution .....	29
1.4.2.2 Refroidissement .....	30
1.4.2.3 Revenu.....	32
1.5 Conclusion .....	35
<b>Chapitre 2 - Techniques expérimentales et méthodes .....</b>	<b>37</b>
2.1 Le matériau étudié : composition chimique et élaboration par métallurgie des poudres .....	38
2.2 Traitements thermiques.....	40
2.3 Caractérisations microstructurales .....	43
2.3.1 Mesure de la fraction surfacique des précipités $\gamma'$ primaires.....	44
2.3.2 Détermination de la taille de grains.....	45
2.3.3 Analyse des précipités $\gamma'$ secondaires et tertiaires.....	50
2.3.3.1 Microscopie Électronique à Balayage.....	50
2.3.3.2 Microscopie Électronique en Transmission .....	51
<b>Chapitre 3 - Influence des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure du N19.....</b>	<b>55</b>
3.1 État microstructural brut de forgeage .....	56
3.2 Influence des conditions de mise en solution.....	58
3.2.1 Fraction surfacique des $\gamma'$ primaires.....	59
3.2.2 Variation de la taille de grains.....	62
3.3 Influence des conditions de refroidissement.....	64
3.3.1 Refroidissements linéaires .....	65
3.3.2 Refroidissement double-pente .....	75

3.3.3	<i>Traitements avec palier</i> .....	82
3.4	Influence du traitement de revenu .....	98
3.4.1	<i>Après un refroidissement à 100°C/min</i> .....	100
3.4.2	<i>Après un refroidissement double-pente</i> .....	105
3.5	Conclusion .....	108
<b>Chapitre 4 -</b>	<b>Sélection des microstructures pour la caractérisation</b>	
<b>mécanique</b>	.....	<b>111</b>
4.1	Sélection des traitements thermiques .....	112
4.2	Caractérisation des microstructures .....	116
4.2.1	<i>Mise en solution</i> .....	118
4.2.2	<i>Conditions de refroidissement</i> .....	119
4.2.2.1	Refroidissements linéaires.....	119
4.2.2.2	Refroidissement double-pente .....	121
4.2.2.3	Refroidissements avec palier .....	122
4.2.3	<i>Traitements de revenu</i> .....	124
4.3	Essais mécaniques.....	127
4.4	Conclusion .....	128
<b>Chapitre 5 -</b>	<b>Propagation de fissure en fatigue-fluage du N19</b> .....	<b>129</b>
5.1	Description de l'essai.....	130
5.1.1	<i>Éprouvette de propagation de fissure</i> .....	130
5.1.2	<i>Calcul du facteur d'intensité des contraintes <math>\Delta K</math></i> .....	131
5.1.3	<i>Chargement appliqué</i> .....	132
5.1.4	<i>Moyens expérimentaux</i> .....	132
5.2	Résultats expérimentaux .....	137
5.3	Effet des paramètres de traitements thermiques et de la microstructure.....	137
5.3.1	<i>Température de mise en solution</i> .....	137
5.3.2	<i>Conditions de refroidissement</i> .....	139
5.3.3	<i>Température de revenu</i> .....	142
5.3.4	<i>Chemins de propagation de fissure et faciès de rupture</i> .....	143
5.4	Conclusion .....	147
<b>Chapitre 6 -</b>	<b>Comportement en fatigue-relaxation du N19</b> .....	<b>149</b>
6.1	Description de l'essai.....	150
6.1.1	<i>Chargement appliqué</i> .....	150
6.1.2	<i>Moyens expérimentaux</i> .....	152
6.2	Influence des paramètres de traitements thermiques et de la microstructure ....	153
6.2.1	<i>Limite d'élasticité</i> .....	156
6.2.2	<i>Évolution des paramètres mécaniques</i> .....	159
6.2.2.1	Contrainte maximale et contrainte minimale .....	160
6.2.2.2	Contrainte moyenne et amplitude de déformation plastique .....	163
6.2.2.3	Courbes d'écrouissage cyclique .....	165
6.2.2.4	Contrainte en fin de relaxation .....	166
6.2.3	<i>Vitesses de déformation plastique</i> .....	170
6.3	Conclusion .....	175

<b>Chapitre 7 - Discussion.....</b>	<b>177</b>
7.1 Analyse des résultats des essais de propagation de fissure à l'aide du comportement en fatigue-relaxation .....	178
7.1.1 Démarche .....	178
7.1.2 Étude des relations entre la contrainte atteinte en fin de relaxation et la vitesse de propagation de fissure.....	185
7.2 Synthèse de l'étude de l'effet des paramètres de traitements thermiques sur les propriétés mécaniques .....	191
7.3 Conclusion .....	200
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>201</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>205</b>

<b>Annexes.....</b>	<b>213</b>
Annexe A - Prélèvement des échantillons et des ébauches.....	214
A1. Échantillons métallographiques.....	214
A2. Ébauches pour éprouvettes.....	215
Annexe B - Traitements thermiques .....	216
B1. Mises en solution.....	216
B2. Refroidissements .....	217
B2.1. Refroidissements linéaires.....	217
B2.2. Refroidissements « double-pente » .....	218
B2.3. Refroidissements « à palier » .....	218
B3. Revenus .....	219
Annexe C - Observations en MET .....	220
Annexe D - Étude du vieillissement .....	221
D1. Effet du vieillissement sur la microstructure de l'alliage N19.....	221
D2. Effet du vieillissement sur la propagation de fissure en fatigue-fluage de l'alliage N19 .....	225
Annexe E - Essais de fatigue-relaxation .....	226
E1. Évolution de la contrainte en fonction de la déformation imposée .....	226
E2. Contrainte relaxée.....	231
E3. Volume d'activation .....	234
E4. Faciès de rupture .....	237





---

# Introduction

---

Les superalliages base nickel élaborés par métallurgie des poudres sont utilisés, entre autres, pour la réalisation de disques de turbines pour applications aéronautiques. Ces alliages présentent à la fois des propriétés mécaniques élevées à haute température (pouvant dépasser 650°C) et une bonne résistance à l'oxydation à chaud. Afin d'améliorer les performances de ces turbines, il est nécessaire d'augmenter les températures de fonctionnement et d'optimiser les propriétés des alliages utilisés. L'un des enjeux consiste à augmenter la durée de vie et le temps entre deux inspections du disque de turbine.

Une voie d'amélioration est le développement de nouvelles compositions d'alliages. Dans cette optique, une nuance d'alliage base nickel a été développée récemment, au cours d'un programme de recherche commun entre SNECMA, l'ONERA et le Centre des Matériaux de Mines ParisTech : il s'agit de l'alliage N19 (anciennement appelé SMO43) [[AUGUSTINS-LECALLIER, 2008](#) ; [GUÉDOU, 2008](#)].

À la fois cruciale et délicate, la mise au point de la composition chimique d'un alliage n'est pourtant que la première étape du développement d'un alliage plus performant. Il est également nécessaire d'optimiser la microstructure de l'alliage. Pour cela, deux voies ont été explorées concernant l'alliage N19 :

- Optimiser la résistance des joints de grains *via* l'ingénierie des joints de grains, et contrôler le maclage et la taille de grains en jouant sur les paramètres de traitements thermomécaniques (conditions de forgeage). On citera les travaux de H. Tézenas du Montcel et de N. Souaï [[TÉZENAS DU MONTCEL, 2012](#) ; [SOUAÏ, 2011](#)].
- Contrôler certaines caractéristiques microstructurales (taille de grains, précipitation de la phase  $\gamma'$ ) par l'ajustement des paramètres de traitements thermiques. C'est le sujet du projet qui réunit SNECMA, l'ONERA et le Centre des Matériaux de Mines ParisTech, et dans lequel s'inscrit cette étude.

Le traitement thermique de l'alliage N19, et plus généralement des superalliages base nickel polycristallins pour disque de turbine, se compose généralement de trois étapes. La première étape consiste à porter l'alliage à très haute température (supérieure à 1000°C) : c'est la mise en solution. Puis, l'alliage est refroidi, plus ou moins rapidement, jusqu'à température ambiante : c'est l'étape de trempe. Enfin, l'alliage est à nouveau porté en température, mais cette fois à une température légèrement supérieure à la température de service visée, c'est l'étape de revenu.

Le disque de turbine aéronautique est soumis à de multiples sollicitations. Ainsi, pour pouvoir être retenu pour une telle application, l'alliage doit à la fois posséder de hautes propriétés en traction, une bonne tenue en fluage et à la fatigue, et une résistance élevée à la propagation de fissure en fatigue-fluage. L'optimisation de la microstructure de l'alliage N19 par traitement thermique implique donc :

- dans un premier temps, d'analyser l'effet des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure, afin de pouvoir corrélérer ces paramètres avec les caractéristiques microstructurales de l'alliage, telles que la taille de grains et la précipitation de la phase  $\gamma'$  ;

- dans un second temps, de corrélérer les caractéristiques microstructurales avec les différentes propriétés mécaniques de l'alliage.

De plus, afin de mieux comprendre les résultats des essais de propagation de fissure en fatigue-fluage, des essais de comportement en fatigue-relaxation ont été réalisés.

L'objectif final de cette étude est de proposer une ou plusieurs gammes de traitements thermiques, de manière à produire une microstructure telle qu'elle permette d'aboutir au meilleur compromis entre les différentes propriétés mécaniques.

La première partie de ce manuscrit est consacrée à la présentation de l'alliage N19. Dans le Chapitre 1, après une présentation rapide de l'évolution des superalliages base nickel polycristallins pour disque de turbine haute pression des turboréacteurs, nous présentons, en nous appuyant sur les travaux d'Isabelle Augustins-Lecallier [[AUGUSTINS-LECALLIER, 2011](#)], la démarche qui a été employée pour aboutir à la formulation de la composition chimique de l'alliage N19 au cours de l'étude précédant celle-ci.

La seconde partie de ce manuscrit est consacrée aux relations entre les paramètres de traitements thermiques et les caractéristiques microstructurales, en particulier la distribution des précipités  $\gamma'$ . En effet, une grande partie de la résistance mécanique des superalliages résulte du durcissement de précipitation. Dans le Chapitre 2, sont présentés le matériau de l'étude, les techniques expérimentales de traitements thermiques et les méthodes de caractérisation des microstructures en microscopie électronique à balayage et en transmission. L'étude de l'effet des paramètres de chaque étape du traitement thermique sur les caractéristiques microstructurales de l'alliage N19 est présentée dans le Chapitre 3.

La troisième et dernière partie de ce manuscrit est consacrée aux relations entre les caractéristiques microstructurales de l'alliage N19 et ses propriétés mécaniques. Tout d'abord, les différentes microstructures, qui ont été sélectionnées pour être testées mécaniquement, sont présentées dans le Chapitre 4. L'effet de la microstructure sur la résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage est ensuite présenté dans le Chapitre 5. Puis, l'influence des caractéristiques microstructurales sur le comportement en fatigue-relaxation est étudiée dans le Chapitre 6. Enfin, la première partie du Chapitre 7 est consacrée à l'analyse des résultats des essais de propagation de fissure en fatigue-fluage sur la base du comportement en fatigue-relaxation mis en évidence pour les différentes microstructures étudiées. Dans la seconde partie de ce Chapitre 7, nous nous sommes attachés à identifier une séquence de traitements thermiques permettant d'obtenir le meilleur compromis entre les propriétés mécaniques en traction, fluage et propagation de fissure avec temps de maintien parmi les traitements thermiques étudiés.

---

# Chapitre 1 - L'alliage N19

---

## Sommaire

---

<b>1.1 Les superalliages base nickel polycristallins pour disques de turbine .....</b>	<b>12</b>
<b>1.2 Microstructure et mécanismes de renforcement des superalliages base nickel polycristallins.....</b>	<b>15</b>
1.2.1 Matrice $\gamma$ .....	15
1.2.2 Précipités $\gamma'$ .....	16
1.2.3 Carbures et borures.....	21
1.2.4 Joints de grains .....	22
1.2.5 Phases Topologiquement Compactes (TCP).....	22
<b>1.3 Développement de l'alliage N19.....</b>	<b>24</b>
1.3.1 Contexte.....	24
1.3.2 Spécifications industrielles .....	24
1.3.3 Mise au point de la composition chimique .....	25
1.3.4 Composition chimique retenue.....	26
<b>1.4 Optimisation des propriétés mécaniques.....</b>	<b>27</b>
1.4.1 Traitements thermomécaniques .....	27
1.4.2 Traitements thermiques.....	28
1.4.2.1 <i>Mise en solution</i> .....	29
1.4.2.2 <i>Refroidissement</i> .....	30
1.4.2.3 <i>Revenu</i> .....	32
<b>1.5 Conclusion.....</b>	<b>35</b>

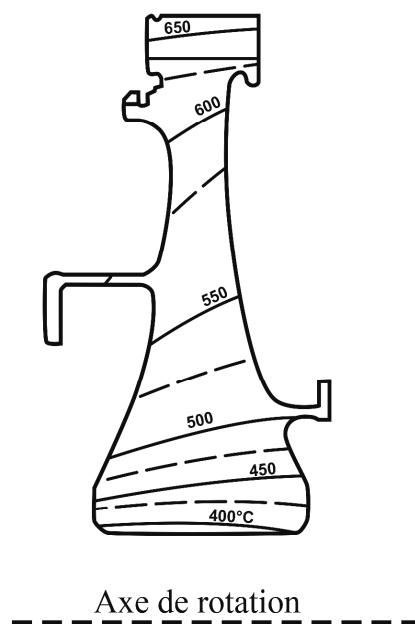
---

L'alliage N19 est un superalliage base nickel qui a été développé en vue d'une application aéronautique : le disque de turbine de turboréacteurs. L'objectif de ce chapitre est de présenter l'alliage N19 et son développement. Tout d'abord, nous avons proposé un rapide historique des superalliages base nickel polycristallins pour disque de turbine. La microstructure des superalliages base nickel étant un élément clé dans leur résistance, nous nous sommes ensuite intéressés aux caractéristiques microstructurales de ces alliages renforcés par précipitation de  $\gamma'$ . Puis, les principales étapes du développement du N19 sont exposées dans leur contexte industriel. Enfin, nous nous sommes attachés à présenter les voies explorées afin d'optimiser les propriétés mécaniques du N19, en insistant plus particulièrement sur l'optimisation des paramètres de traitements thermiques, qui constitue le cœur de cette étude.

## 1.1 Les superalliages base nickel polycristallins pour disques de turbine

Afin d'assurer la propulsion aéronautique, l'air est aspiré, puis comprimé par le compresseur du turboréacteur, avant d'être envoyé dans la chambre de combustion où il est mélangé avec le kérosène. Suite à l'inflammation du mélange, les gaz se dilatent et sont ensuite expulsés par la tuyère, ce qui génère la poussée (75 kN dans le cas du M88, turboréacteur équipant l'avion militaire Rafale). La turbine, située à l'arrière de la chambre de combustion, récupère une partie de l'énergie des gaz issus de la combustion pour entraîner la rotation du compresseur.

Le disque de turbine haute pression (HP) est une pièce tournante critique qui supporte les aubes, et qui est solidaire des différents étages de la turbine et du compresseur, *via* un arbre de transmission. En fonctionnement, il existe un gradient de températures entre la zone proche de l'alésage et la périphérie du disque de turbine HP, comme le montre le schéma de la Figure 1-1. Dans le cas du disque de turbine HP du turboréacteur M88, les températures sont comprises entre 400°C au niveau du centre de la pièce et 650°C en périphérie, là où sont fixées les aubes.



**Figure 1-1 : Schéma de la distribution des températures dans un disque de turbine haute pression [HONNORAT, 1988].**

Le disque est soumis à des sollicitations mécaniques très élevées, et notamment à des sollicitations en fatigue oligocyclique [HONNORAT, 1993]. De par la géométrie complexe de la pièce, les sollicitations mécaniques diffèrent en fonction de la localisation. Une haute limite d'élasticité, une contrainte à rupture élevée, ainsi qu'une grande résistance à la fatigue sont requises au niveau de l'alésage. La périphérie du disque est la partie de la pièce où les températures sont les plus élevées, et elle requiert une grande résistance au fluage et à la propagation de fissure avec temps de maintien. Les effets d'un temps de maintien sont à prendre en considération, car il y a un maintien en contrainte au cours d'un vol.

Afin de pouvoir supporter ces fortes contraintes à températures élevées, les disques de turbine sont réalisés en superalliages base nickel polycristallins. Ces alliages présentent à la fois une bonne stabilité microstructurale, une bonne résistance à l'oxydation, et de très bonnes propriétés mécaniques à haute température.

Les premiers superalliages sont apparus fin des années 1920 - début des années 1930, et ont été développés à partir des aciers inoxydables austénitiques dont la matrice  $\gamma$  est de structure cubique à faces centrées (CFC) [SIMS, 1984]. En 1929, suite aux travaux de P. Chevenard, un brevet a été déposé en France concernant l'effet durcissant d'additions d'aluminium et de titane dans des aciers austénitiques Fe-Ni-Cr [DURAND-CHARRE, 1997]. La même année, Pilling et Bedford au Royaume-Uni, et Merica aux États-Unis ont ajouté de l'aluminium dans des alliages de nickel (80Ni-20Cr), et ont constaté une forte augmentation de la résistance au fluage due à la précipitation d'une fine phase durcissante, les précipités  $\gamma'$   $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  [SIMS, 1984]. Cependant, l'existence de cette phase  $\gamma'$  ne fut véritablement observée en microscopie électronique qu'à partir de 1950 [SIMS, 1987]. Le Nimonic 80 est l'un des premiers superalliages durcis par la phase  $\gamma'$  à être introduit dans des turboréacteurs en 1942 [GUÉDOU, 2012]. On soulignera l'invention de l'Inconel 718 à la fin des années 1950 qui présente, entre autre et en plus de la phase  $\gamma'$ , la phase  $\gamma''$  de structure à réseau tétragonal centré [SIMS, 1984]. Cet alliage a été, et est encore aujourd'hui, très utilisé pour la fabrication de disques de turbine.

Au fil des années, la composition chimique des superalliages a évolué, avec notamment l'introduction d'éléments réfractaires comme le molybdène, le tungstène et le tantale, qui participent à l'augmentation de la résistance de ces alliages par le durcissement de solution solide et la précipitation de carbures [SIMS, 1984]. Par ailleurs, afin d'accroître la résistance de ces alliages, la fraction volumique de  $\gamma'$  a augmenté *via* l'augmentation des teneurs en aluminium et en titane [DURAND-CHARRE, 1997], et est passée d'environ 25 % dans le cas du Waspaloy (développé dans les années 50) à environ 55 % dans le cas de l'alliage N18 (breveté en 1986 [DUCROCQ, 1988]). Avec l'augmentation de leur résistance mécanique, le travail à chaud de ces alliages est devenu plus difficile, et d'autres procédés ont dû être utilisés, comme la voie conventionnelle « coulé-forgé » ou la métallurgie des poudres [DURAND-CHARRE, 1997].

Ainsi, en parallèle du développement des superalliages, les procédés de fabrication de ces alliages se sont améliorés, et de nouveaux procédés ont été inventés. En particulier, l'invention de la fusion sous vide au début des années 1950 a permis l'addition contrôlée des éléments d'alliage, ce qui s'est traduit par un fort développement des superalliages base nickel [SIMS, 1984]. Au début des années 1970 est apparue la métallurgie des poudres [FURRER, 1999] qui présente l'avantage de réduire la ségrégation des éléments d'alliage durant l'étape de solidification [CHANG, 1990 ; SIMS, 1987].

De nombreux superalliages base nickel polycristallins élaborés par métallurgie des poudres (MdP) ont été spécialement développés pour la fabrication des disques de turbine, comme l'alliage René88DT (General Electric) [KRUEGER, 1990, 1992] et l'alliage N18 (SNECMA) [DUCROCQ, 1987] développés fin des années 1980 – début des années 1990.

Le développement de nouveaux superalliages MdP pour cette application fait toujours l'objet de nombreuses recherches. L'augmentation du rendement thermodynamique des turboréacteurs passe notamment par l'augmentation des températures de fonctionnement. Les alliages doivent donc avoir des performances mécaniques à haute température de plus en plus élevées. Par ailleurs, afin de faire face aux enjeux économiques et de réduire les coûts, une durée de vie plus longue des alliages en fatigue et en fluage est recherchée. Dans le cas du disque de turbine, l'objectif est d'augmenter l'intervalle de temps entre deux inspections du disque. Toutefois, la densité de l'alliage devra rester acceptable.

Parmi les superalliages base nickel élaborés par métallurgie des poudres développés plus récemment, nous pouvons citer : le NR3 (breveté en 1997) [LOCQ, 2000], le René104 (ME3) [GABB, 2004], le RR1000 (breveté en 1999) [HESSEL, 2000 ; HARDY, 2004], l'alliage 10 (breveté en 2002) [GAYDA, 2004 ; TELESMA, 2004], le LSHR [GAYDA, 2004], et le N19 (breveté en 2007) [GUÉDOU, 2008]. General Electric a déposé un nouveau brevet en 2010, concernant de nouveaux superalliages base nickel qui présentent la particularité d'avoir des teneurs en massique en tantale plutôt élevées : entre 4 et 6 % wt. [BAIN, 2010]. En effet, le tantale est rarement présent dans les alliages polycristallins commerciaux du fait de sa masse atomique et de son prix élevés.

L'optimisation de la microstructure de l'alliage N19 par traitement thermique est l'objet de cette étude. Avant de présenter le contexte et la méthodologie de la conception de l'alliage N19 au paragraphe 1.3, nous allons commencer par présenter les caractéristiques microstructurales et les mécanismes de renforcement d'un superalliage base nickel durci par précipitation de  $\gamma'$ .

## 1.2 Microstructure et mécanismes de renforcement des superalliages base nickel polycristallins

De manière générale, la microstructure des superalliages base nickel est constituée d'une matrice  $\gamma$ , de précipités  $\gamma'$  et de carbures. C'est le cas de l'alliage N19. En fonction de la composition chimique, il peut exister d'autres phases, comme la phase  $\delta$  et la phase  $\gamma''$ . Par exemple, l'Inconel 718 comporte à la fois les phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  dans la matrice  $\gamma$  [SIMS, 1987]. Après des expositions de longue durée à relativement haute température, des phases peuvent se former, c'est le cas par exemple des phases dites « topologiquement compactes » (phases TCP).

Les superalliages base nickel contiennent un grand nombre d'éléments d'alliage. Ces éléments sont répartis soit dans la matrice, soit dans les précipités et contribuent à la haute résistance des superalliages base nickel à la fois par durcissement de solution solide et par durcissement de précipitation, mais ils contribuent également à la résistance à l'oxydation (notamment les éléments chrome et aluminium) [SIMS, 1987].

### 1.2.1 Matrice $\gamma$

La matrice  $\gamma$  est une solution solide à base de nickel, austénitique, c'est-à-dire de structure cubique à faces centrées (voir Figure 1-2-a) et désordonnée. Le paramètre de maille  $a$  du nickel vaut 0.35232 nm [VILLARS, 1985].

Les éléments qui se trouvent préférentiellement en solution solide dans le nickel sont : le cobalt, le chrome, le molybdène et le tungstène [SIMS, 1987].

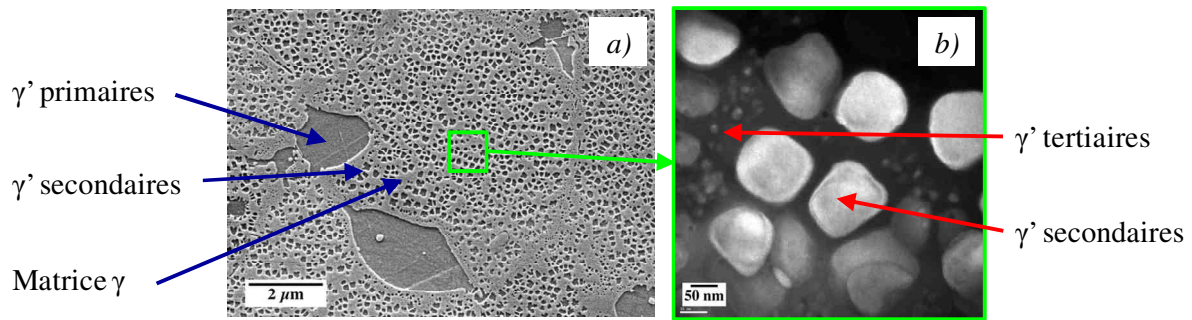
La présence de ces éléments en solution solide de substitution entraîne un durcissement de solution solide, car ils interagissent avec les dislocations et s'opposent à leur mouvement. Ces interactions sont liées, d'une part, à la différence de volume occupé par les atomes de soluté par rapport aux atomes de nickel, il s'agit d'un effet de taille, et d'autre part, à la différence de forces interatomiques, il s'agit d'un effet de module d'élasticité [ASHBY, 2008-B ; PHILIBERT, 1998].

Le degré de contribution au durcissement de solution solide dépend de l'élément considéré. L'aluminium, le tungstène et le molybdène sont les trois éléments (potentiels) qui renforcent de manière prépondérante la matrice. De plus, le tungstène et le molybdène présentent des coefficients de diffusivité faibles, ce qui favorise la résistance au fluage à haute température [SIMS, 1987].

Le cobalt, pour sa part, diminue l'énergie de faute d'empilement et contribue ainsi au renforcement de la matrice en rendant le glissement dévié des dislocations plus difficile dans la matrice [PAINTENDRE, 1986].







**Figure 1-3 : Observations de la microstructure de l'alliage N19 après un traitement thermique subsolvus montrant les trois types de précipités  $\gamma'$ , a) en MEB et b) en MET.**

Alliage N18	Composition chimique (% at.)						
Phases	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	Hf
$\gamma'$ primaire	64.2	9.0	2.9	1.3	13.1	9.1	0.4
$\gamma'$ secondaire	65.0	7.6	2.4	1.7	14.4	8.7	0.2
$\gamma'$ tertiaire	65.3	6.9	4.5	2.6	14.1	6.6	0.1
Matrice $\gamma$	39.3	24.8	25.3	6.7	3.1	0.6	0.0

**Tableau 1-1 : Composition chimique (en % at.) des précipités  $\gamma'$  primaires, secondaires et tertiaires, et de la matrice  $\gamma$  dans l'alliage N18 après traitement thermique 1165°C/4h + trempe huile + 700°C/24h + 800°C/4h (d'après Wlodek *et al.* [WLODEK, 1992]).**

- *Précipités  $\gamma'$  primaires*

Les précipités  $\gamma'$  primaires sont des gros précipités (de dimensions de l'ordre de un à quelques microns) principalement localisés aux joints de grains. Dans le cas de ces précipités  $\gamma'$  primaires, la phase  $\gamma'$  n'est pas cohérente avec la matrice. Ces précipités se sont formés à haute température au cours de la solidification de l'alliage, qui se produit hors équilibre.

Au cours du traitement thermique, si la température de mise en solution est supérieure à la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires, alors ces derniers sont remis en solution. Il s'agit d'un traitement de mise en solution totale dit « supersolvus ». En revanche, si la température de mise en solution est inférieure à la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires, alors ces précipités subsistent aux joints de grains. La mise en solution est partielle, puisque seuls les précipités  $\gamma'$  intragranulaires sont dissous. Il s'agit d'un traitement « subsolvus ». En fonction de l'alliage, le traitement thermique industriel est réalisé soit supersolvus, comme dans le cas de l'alliage René88, soit subsolvus, comme dans le cas de l'alliage N18.

Au cours du forgeage subsolvus et au cours du traitement de mise en solution subsolvus, les précipités  $\gamma'$  primaires ancrent les joints de grains et limitent le grossissement des grains. La faible cinétique de croissance des grains lors des traitements effectués en-dessous de la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires a été observée dans le cas de nombreux superalliages base nickel, tels que le N18 [DUCROCQ, 1988], le MERL76 [CHANG, 1996], l'Udimet 720Li [JACKSON, 1999], et le NR3 [LOCQ, 2000].

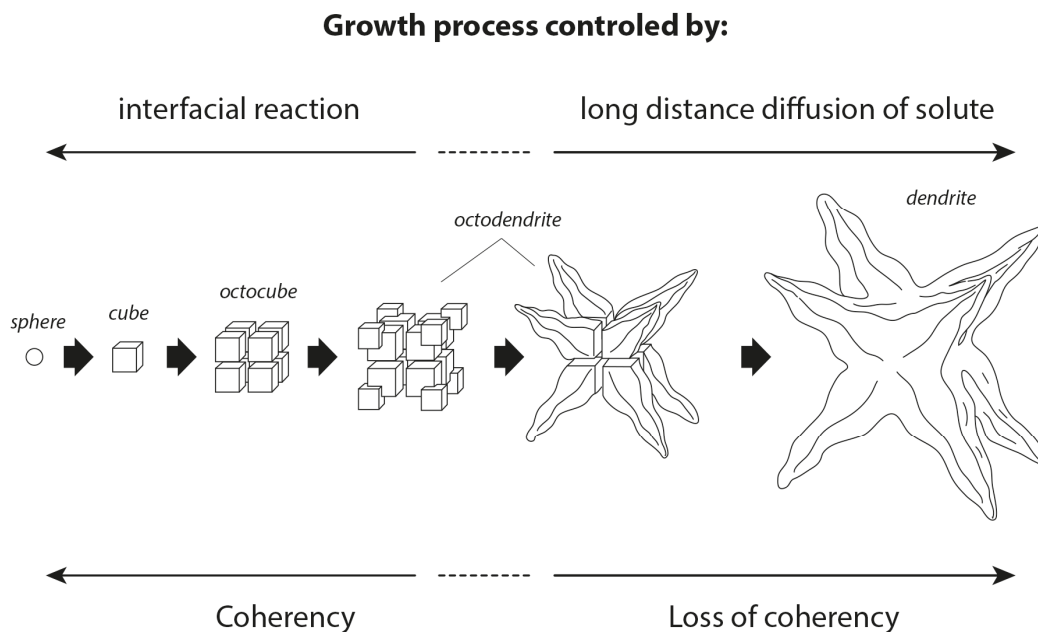
- *Précipités  $\gamma'$  secondaires*

Les précipités  $\gamma'$  secondaires se forment à l'état solide à partir de la matrice  $\gamma$  sursaturée, au cours du refroidissement lorsque la température devient inférieure à la température de solvus de ces précipités  $\gamma'$ . Ils sont également appelés précipités  $\gamma'$  de refroidissement. Ils précipitent de manière cohérente avec la matrice  $\gamma$ .

La précipitation de la phase  $\gamma'$  dans la matrice  $\gamma$  au cours du refroidissement implique les étapes de germination, croissance et mûrissement d'Oswald.

La croissance des précipités  $\gamma'$  s'accompagne d'un changement de morphologie : les précipités passent d'une forme sphérique, à une forme cubique puis à une forme octocubique. L'évolution morphologique des précipités  $\gamma'$  a été caractérisée dans le cas de plusieurs superalliages base nickel par Ricks *et al.* [RICKS, 1983]. Ils ont effectué leurs observations après des maintiens isothermes de plus ou moins longues durées, immédiatement après une mise en solution suivie d'un refroidissement lent jusqu'à une température inférieure de 20°C à la température de solvus des  $\gamma'$ . La morphologie des précipités a été corrélée avec le désaccord paramétrique entre la matrice  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$  par plusieurs auteurs [GROSDIDIER, 1998 ; MITCHELL, 2008-A ; RICKS, 1983 ; SIMS, 1987].

La même évolution morphologique est observée au cours de refroidissement à différentes vitesses. Grosdidier *et al.* [GROSDIDIER, 1998] ont représenté schématiquement les différentes formes que peuvent prendre les précipités  $\gamma'$  (Figure 1-4).



**Figure 1-4 : Représentation schématique de l'évolution de la morphologie des précipités  $\gamma'$  [GROSDIDIER, 1998].**

Néanmoins, cette évolution morphologique peut être stoppée par une densité de précipités  $\gamma'$  importante [RICKS, 1983] ou lorsque la vitesse de refroidissement est trop rapide [GROSDIDIER, 1998].

Pour un alliage de composition donnée, la taille, la morphologie et la distribution des précipités  $\gamma'$  secondaires dépendent de la vitesse de refroidissement [GAYRAUD, 1995]. Un refroidissement rapide conduit à la précipitation de  $\gamma'$  de petite taille et de forme sphérique,

tandis qu'un refroidissement lent conduit à la précipitation de  $\gamma'$  de taille plus grande et en forme d'octocubes [GAYRAUD, 1995 ; GROSDIDIER, 1998]. Mao *et al.* expliquent, sur la base des théories classiques de la germination, que la germination dépend à la fois de l'énergie libre chimique (ou de volume) et de l'énergie d'interface [MAO, 2002]. Or, l'énergie libre est liée au degré de sursaturation de la matrice en éléments  $\gamma'$ -gènes, et cette sursaturation dépend elle-même du sous-refroidissement, et donc de la vitesse de refroidissement. Ainsi, lorsque la vitesse de refroidissement est élevée, la taille critique de germination est plus petite, et le nombre de germes est donc plus élevé. De plus, au cours d'un refroidissement rapide, la diffusion est réduite et donc la croissance des précipités, qui est gouvernée par la diffusion, se trouve elle aussi limitée.

Dans le cas d'une mise en solution subsolvus, la température de mise en solution à partir de laquelle est effectué le refroidissement a aussi une influence sur la taille et la morphologie [BHOWAL, 1990]. Ainsi, pour une même vitesse de refroidissement, la taille des précipités  $\gamma'$  est un peu plus élevée lorsque la température de mise en solution subsolvus est plus élevée.

- *Précipités  $\gamma'$  tertiaires*

Des précipités  $\gamma'$  beaucoup plus petits, d'une taille comprise entre quelques nanomètres et plusieurs dizaines de nanomètres, sont également observés dans les couloirs de matrice  $\gamma$  entre les précipités  $\gamma'$  secondaires. Ces précipités sont appelés  $\gamma'$  tertiaires. Ils commencent à précipiter en fin de refroidissement, à des températures inférieures aux températures de précipitation des  $\gamma'$  secondaires. Dans l'alliage N18, Gayraud *et al.* situent la température de formation des précipités  $\gamma'$  tertiaires autour de 900°C [GAYRAUD, 1995], et Wlodek *et al.* la situent entre 700°C et 870°C [WLODEK, 1992].

Du fait de leur très faible dimension, ces précipités ne sont généralement observables qu'en microscopie électronique à transmission.

Un traitement de revenu permet de relancer la précipitation des  $\gamma'$  tertiaires, et de faire croître et mûrir ces précipités. Les conditions de revenu influent sur la fraction volumique et la taille des  $\gamma'$  tertiaires (voir paragraphe 1.4.2.3) car il entre en jeu un facteur de diffusion qui dépend du temps et de la température.

Cependant, une partie de l'évolution des précipités  $\gamma'$  tertiaires relève du mûrissement d'Oswald dont la cinétique peut être décrite par la théorie de Lifshitz-Slyosov-Wagner (LSW) [LIFSHITZ, 1961 ; WAGNER, 1961] selon laquelle le rayon  $r$  des précipités augmente de manière proportionnelle à la racine cubique du temps :

$$r_t^3 - r_o^3 \propto t$$

Cette théorie est valable lorsque la fraction volumique est proche de zéro.

Gabb *et al.* ont constaté que l'évolution de la taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires dans l'alliage LSHR était proportionnelle à la température et à la racine cubique du temps au cours de différents traitements de revenu de 1 h et 8 h, effectués à des températures comprises entre 775°C et 855°C [GABB, 2008].

Plusieurs auteurs ont vérifié de manière expérimentale que l'évolution de la taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires dans les superalliages base nickel suivait la loi LSW au cours de traitements de vieillissement de longue durée réalisés à des températures comprises entre 700°C et 800°C : on citera les travaux de Flageolet *et al.* sur l'alliage N18 pour des durées de vieillissement jusqu'à 200 h à 785°C [FLAGEOLET, 2004], de Rajol sur l'alliage NR3 pour des vieillissements de 1000 h et 5000 h à 700°C et de 80 h et 1000 h à 750°C [RAJOL, 2004],

et de Tiley *et al.* sur l'alliage René88 pour des vieillissements à 760°C pour des durées comprises entre 25 h et 200 h [TILEY, 2009].

Gabb *et al.* ont observé une baisse de la fraction volumique des précipités  $\gamma'$  tertiaires lorsque la vitesse de refroidissement augmente [GABB, 2008]. Par contre, la taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires dans l'alliage ME3 diminue très peu lorsque la vitesse de refroidissement augmente [GABB, 2004]. La taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires dépend essentiellement des conditions de revenu.

- *Mécanismes de renforcement par les précipités  $\gamma'$*

Les précipités  $\gamma'$  participent au durcissement de précipitation des superalliages. Leur présence constitue un obstacle aux mouvements des dislocations. Il existe plusieurs types d'interactions entre les dislocations et les précipités, en fonction des caractéristiques de l'obstacle :

- soit les dislocations vont franchir les précipités par contournement d'Orowan [OROWAN, 1948] et former des boucles autour des précipités. La contrainte nécessaire au franchissement par contournement est donnée par l'équation d'Orowan :

$$\tau = \frac{2T}{b\lambda} \approx \frac{\mu b}{\lambda}$$

avec  $b$  le vecteur de Burgers,  $T$  la tension de ligne,  $\lambda$  la distance entre les particules et  $\mu$  le module de cisaillement. Cette équation montre que la contrainte est d'autant plus élevée que la distance entre les précipités est réduite.

- soit les dislocations vont franchir les précipités par cisaillement par paires de dislocations. Il existe plusieurs mécanismes de cisaillement de ces précipités par paires de dislocations. La contrainte nécessaire pour cisailier les précipités est d'autant plus élevée que la taille de ces précipités est grande. Dans le cas où les précipités sont ordonnés (cas de la phase  $\gamma'$ ), la dislocation crée une paroi d'antiphase et la contrainte nécessaire au cisaillement s'écrit :

$$\tau \propto \gamma_{APB}^{3/2} f^{1/2} d^{1/2}$$

avec  $\gamma_{APB}$  l'énergie par unité de surface d'une paroi d'antiphase,  $f$  la fraction volumique de précipités et  $d$  le diamètre de ces précipités [MARTIN, 1980]. Selon les auteurs, les exposants affectés à  $\gamma_{APB}$ ,  $f$  et  $d$  peuvent varier.

À fraction volumique constante, il existe un diamètre critique  $d_c$  au-delà duquel le franchissement des précipités par contournement d'Orowan est plus facile que par cisaillement [GLEITER, 1965].

Dans les deux cas, contournement et cisaillement, plus la fraction volumique de précipités est élevée, plus la limite d'élasticité va être élevée, et plus l'écrouissage va être important [MARTIN, 1980].

### 1.2.3 Carbures et borures

Il existe plusieurs types de carbures dans les superalliages base nickel :

- Les carbures primaires de type MC, de structure cubique à faces centrées, se forment à très haute température et précipitent pendant l'étape de solidification. Ils résultent de la combinaison du carbone avec des éléments réfractaires et réactifs comme le titane, le tantale, l'hafnium et le niobium [SIMS, 1987].
- Les carbures secondaires de types  $M_{23}C_6$  et  $M_6C$  qui précipitent préférentiellement aux joints de grains pendant les traitements thermiques à basse température, entre 760°C et 980°C pour les  $M_{23}C_6$ , et entre 815°C et 980°C pour les  $M_6C$ . Ces précipités se forment à partir de la dégénérescence des carbures primaires,  $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$ , ou à partir du carbone résiduel présent dans la matrice [SIMS, 1987].

Les borures sont plutôt rares, et généralement localisés aux joints de grains [SIMS, 1987]. La précipitation de borures de type  $M_3B_2$  aux joints de grains n'entraîne pas d'amélioration supplémentaire des propriétés mécaniques [GARROSHEN, 1987]. L'effet bénéfique du bore est lié à sa présence dans les joints de grains (voir § 1.2.4).

La précipitation de carbures aux joints de grains est recherchée car elle améliore l'ancrage des joints de grains, à condition que cette précipitation soit discontinue, et répartie de manière homogène [MONS, 1996]. Ces carbures améliorent la résistance des joints de grains au fluage [FURRER, 1999]. Par contre, l'effet bénéfique des  $M_{23}C_6$  sur la résistance à la propagation de fissure n'est pas aussi évident. Hardy *et al.* ont émis l'hypothèse que les carbures  $M_{23}C_6$  améliorent la résistance à la propagation de fissure [HARDY, 2004]. Cependant, après avoir modifié la fraction de carbures aux joints de grains, Telesman *et al.* n'ont pas pu établir de corrélation entre la fraction de carbures et la vitesse de propagation de fissure dans l'alliage LSHR [TELESMAN, 2008].

Cependant, certaines morphologies, par exemple lorsque les carbures forment des rubans aux joints de grains, peuvent être néfastes pour la ductilité et la résistance au fluage de l'alliage [SIMS, 1987]. Une grande densité de carbures et de borures peut être néfaste lorsque qu'ils forment des groupements car ils peuvent servir de site d'amorçage pour la fissuration en fatigue [FURRER, 1999].

Dans les superalliages base nickel élaborés par métallurgie des poudres, il peut exister des réseaux de carbures et d'oxydes de petites tailles, qui se sont formés à la surface des particules de poudre appelée PPB, Prior Particule Boundary [FURRER, 1999]. Terzi a observé dans l'Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres que lorsque les joints de grains coïncidaient avec des précipités aux PPBs, cela constituait des sites préférentiels d'endommagement en fluage [TERZI, 2006]. La délimitation des PPBs par les carbures peut empêcher la croissance des grains au-delà de ces PPBs [GESSINGER, 1984]. Afin d'éviter les problèmes liés aux PPBs, notamment la formation de film continu de carbures, plusieurs méthodes ont été envisagées : par exemple, limiter la teneur en carbone ou ajouter des éléments fortement carburigènes comme l'hafnium et le titane.



### 1.2.4 Joints de grains

Dans les superalliages, il y a un effet important de la taille de grains, et de la morphologie et de la chimie des joints de grains sur les propriétés mécaniques, et plus particulièrement sur la résistance à la propagation de fissure.

Les joints de grains contribuent au durcissement de l'alliage en faisant obstacle au mouvement des dislocations. Les dislocations s'empilent sur le joint de grains jusqu'à ce que la force qui s'exerce sur la dislocation de tête atteigne une valeur critique et que la déformation se poursuive dans un autre grain [ASHBY, 2008-A]. L'effet est d'autant plus important que les grains sont petits, c'est pourquoi la limite d'élasticité est plus élevée lorsque les grains sont petits. Cela est éventuellement décrit par la loi de Hall-Petch reliant la limite d'élasticité à la taille de grains par :

$$\sigma_{0.2\%} = \sigma_0 + kd^{-\frac{1}{2}}$$

avec  $k$  et  $\sigma_0$  des constantes,  $\sigma_{0.2\%}$  la limite d'élasticité et  $d$  la taille de grains.

La morphologie des joints de grains joue également un rôle important. Il a été rapporté que des joints de grains dentelés améliorent la résistance au fluage et la résistance à la rupture [FURRER, 1999]. Les joints de grains dentelés peuvent se former au cours d'un refroidissement contrôlé [CHANG, 1990] après une mise en solution supersolvus [CHANG, 1996], ou au cours d'un traitement isotherme à une température située juste en-dessous de la température de solvus des  $\gamma'$  [LOYER DANFLOU, 1996].

Certains éléments ont tendance à ségréger aux joints de grains, comme le bore, le zirconium et l'hafnium [SIMS, 1987]. Il a été rapporté que l'addition de bore et de zirconium améliore certaines propriétés mécaniques des superalliages telles que : les propriétés en traction [GAROSSHEN, 1987], la tenue en fatigue [JAIN, 2000], le temps à rupture en fluage [GAROSSHEN, 1987 ; HURON, 2004 ; JAIN, 2000] et la résistance à la propagation de fissure avec temps de maintien [HURON, 2004]. Le zirconium piège les impuretés comme le soufre [SIMS, 1987]. Le bore renforce la cohésion des joints de grains [CHANG, 1990]. L'hafnium forme des carbures stables et empêchent la formation de ruban de carbures aux joints de grains [GESSINGER, 1984 ; SIMS, 1987].

Des études ont également été menées afin d'optimiser la résistance des joints de grains en contrôlant la cristallographie de ces joints, plus précisément en contrôlant la distribution des indices de coïncidence  $\Sigma$  des joints de grains, en appliquant des traitements thermomécaniques (voir § 1.4.1). Il s'agit de « l'ingénierie des joints de grains ».

### 1.2.5 Phases Topologiquement Compactes (TCP)

Si la précipitation de la phase  $\gamma'$  contribue aux excellentes propriétés mécaniques des superalliages base nickel, d'autres phases nettement moins désirables peuvent précipiter dans ces alliages, et provoquer la dégradation de leurs propriétés mécaniques.

Sous certaines conditions de température, et éventuellement de contrainte, la précipitation de phases sous forme de plaquettes, généralement intergranulaires, mais aussi intragranulaires, a été observée, après des temps d'exposition plus ou moins longs, dans plusieurs superalliages, tels que l'Udimet720 traité subsolvus [KEEFE, 1992], le N18 [GUÉDOU, 1992 ; WLODEK, 1992], le René88DT [WLODEK, 1996], le RR1000 [HUNT, 2000] et l'alliage 10 pour des teneurs en Cr supérieures à 12.5 wt.% [RICE, 2008].

Dans les superalliages base nickel, deux types de phases ont été plus particulièrement identifiées : les composés intermétalliques  $\sigma$  et  $\mu$  [SIMS, 1987]. Ces phases sont appelées « phases topologiquement compacte » ou « TCP ».

La phase  $\sigma$  a une structure de réseau tétragonal centré [DONACHIE, 1972], proche de celle des carbures de type  $M_{23}C_6$ . Sa composition est du type  $(Cr,Mo)_x(Ni,Co)_y$ . Elle précipite généralement aux joints de grains sous forme de plaquettes ou d'aiguilles [SIMS, 1987]. La précipitation de phase  $\sigma$  a été observée par Wlodek *et al.* dans l'alliage N18 après un vieillissement de 1000 h à 760°C [WLODEK, 1992].

La phase  $\mu$  a une structure de réseau rhomboédrique [DONACHIE, 1972], proche de celle des carbures de type  $M_6C$  [SIMS, 1987]. Cette phase  $\mu$  est riche en Co et en Mo. Elle précipite également sous forme de plaquette. Elle a été observée dans les grains par Wlodek *et al.* dans l'alliage N18 après un vieillissement de 1000 h à 760°C [WLODEK, 1992] et le René88 après une exposition de 6300 h à 760°C sous une contrainte de 276 MPa [WLODEK, 1996], et au niveau des joints de grains par Clad [CLAD, 1996] dans le N18 soudé par friction inertielle après une exposition de 5040 h à 800°C.

L'identification des phases  $\sigma$  et  $\mu$  n'est cependant pas toujours évidente, notamment car d'autres précipités peuvent prendre la forme de plaquette, par exemple la phase  $\eta$  et certains carbures  $M_{23}C_6$  [SIMS, 1987]. Ducrocq *et al.* n'ont pas pu déterminer avec certitude la nature des précipités, riches en Cr et en Mo, qu'ils ont observés sous forme de plaquettes dans l'alliage N18 après une exposition à 600°C pendant 600 h, et qui peuvent être effectivement de la phase  $\sigma$ , mais aussi des carbures  $M_7C_3$  [DUCROCQ, 1988].

La précipitation de ces phases est généralement associée à une baisse des propriétés mécaniques : baisse de la ductilité [SIMS, 1987 ; KEEFE, 1992], de la ténacité [KEEFE, 1992], et réduction de la durée de vie en fluage à rupture [SIMS, 1987]. Cependant, I. Augustins-Lecallier suggère que la baisse des propriétés en fluage du N18 doit être attribuée à la dissolution des précipités  $\gamma'$  tertiaires et non à la présence de phases TCP, mais n'écarter pas la possibilité du rôle néfaste des phases TCP sur l'amorçage et l'endommagement précoce [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011].

Les phases TCP fragilisent le matériau de par :

- leur morphologie et leur caractère fragile qui en font des sites d'amorçage et de propagation de fissure [SIMS, 1987];
- leur chimie. En effet, ces phases sont riches en Cr, en Mo et en W, ce qui entraîne une déplétion de la matrice en ces mêmes éléments, et donc entraîne un affaiblissement du durcissement de solution solide [SIMS, 1987].

Bien que moins souvent observées, les phases de Laves peuvent également précipiter dans les superalliages, et sont, de même que les phases TCP, considérées comme indésirables [SIMS, 1987].

En fonction de sa composition chimique, un alliage donné aura plus ou moins tendance à précipiter des phases TCP. Afin de limiter, voire d'empêcher, la précipitation de phases TCP, Keefe *et al.* ont modifié avec succès la composition chimique de l'alliage Udimet720 en réduisant les teneurs en C, en Cr et en B, ce qui a donné lieu à l'alliage Udimet720LI [KEEFE, 1992]. Des modèles et des calculs ont été proposés afin de prévoir si une composition donnée sera susceptible de développer des phases TCP. Un outil, appelé PHACOMP (« phase computation »), basé sur la théorie de la vacance électronique de l'alliage (paramètre  $Nv$ ), a été développé dans ce but [SIMS 1987]. Un autre outil, appelé NEW PHACOMP, a été développé par Morinaga *et al.* [MORINAGA, 1984] et est basé sur le calcul du paramètre  $\bar{M}d$  qui correspond au niveau moyen des orbitales  $d$  des éléments d'alliage. Des programmes de



calculs thermodynamiques ont également été développés afin de modéliser les diagrammes TTT (Transformation, Temps, Température) correspondant à la précipitation des phases TCP en fonction de la composition chimique de l'alliage [SAUNDERS, 2004].

## 1.3 Développement de l'alliage N19

### 1.3.1 Contexte

Les disques de turbine HP du moteur M88-2 sont actuellement fabriqués en alliage N18. Il s'agit d'un superalliage base nickel élaboré par métallurgie des poudres, qui a été développé à la fin des années 1980 [DUCROCQ, 1987]. Cet alliage présente des propriétés mécaniques remarquables à 650°C, notamment en traction, en fluage et en propagation de fissure, grâce à une fraction volumique élevée de phase  $\gamma'$ . Cependant, à cause de cette fraction volumique importante, la température de remise en solution totale de ces précipités  $\gamma'$  est élevée (1190°C, [DUCROCQ, 1988]). De ce fait, la fenêtre de remise en solution – la différence entre la température de solidus et la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires – est étroite. Il est donc difficile industriellement d'appliquer à l'alliage un traitement supersolvus car il existe un risque de brûler l'alliage, c'est-à-dire de repasser localement le solidus, auquel s'ajoute le risque de fissurer l'alliage lors du refroidissement. Or, les traitements supersolvus permettent de faire croître les grains, et permettent ainsi d'augmenter la résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage et la résistance au fluage. Par ailleurs, des expositions de très longues durées à haute température entraînent la formation de phases TCP (phases topologiquement compactes, cf. § 1.2.5) dans l'alliage N18. Ces phases tendent à abaisser les performances de l'alliage. La formation de ces phases limite l'utilisation de l'alliage N18 à des températures maximales égales à 700°C, voire 750°C dans le cas d'exposition de courtes durées [GUÉDOU, 1992]. L'augmentation de la température d'utilisation est nécessaire pour augmenter le rendement du turboréacteur (augmentation de la température d'entrée des gaz dans la turbine qui se traduit par une augmentation de la température des disques de la turbine).

Ainsi, il est apparu le besoin de développer un nouvel alliage qui ait, à la fois des propriétés mécaniques au moins aussi bonnes que l'alliage N18, et puisse être traité aussi bien subsolvus pour une application « haute résistance », c'est-à-dire un matériau à grains fins avec une haute limite d'élasticité et une grande résistance à la fatigue, que supersolvus pour une application « haute température », c'est-à-dire un matériau à gros grains résistant au fluage et à la propagation de fissure. Globalement, une augmentation de la durée de vie en service de la pièce est recherchée, afin d'augmenter l'intervalle de temps entre deux inspections du disque.

### 1.3.2 Spécifications industrielles

Ce nouvel alliage doit satisfaire les spécifications suivantes [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011 ; GUÉDOU, 2008] :

- Possibilité de contrôler la taille de grains par traitements thermomécaniques en fonction de l'application visée, « haute résistance » ou « haute température ». Pour cela la fenêtre de mise en solution doit être plus large que dans le cas de l'alliage N18, c'est-à-dire que l'écart entre la température de brûlure et la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires de l'alliage doit être plus important que dans le cas du N18

(écart supérieur à 33°C). Pour abaisser la température de solvus, la fraction volumique des précipités  $\gamma'$  doit être réduite : la fraction visée pour le nouvel alliage est comprise entre 40 et 50 % (la fraction volumique de  $\gamma'$  dans le N18 était d'environ 55 %).

- Stabilité microstructurale lors d'expositions longues à des températures comprises entre 650°C et 750°C (éviter la formation de phases TCP).
- Résistances à la traction, au fluage et à la fatigue à 700°C plus élevées que pour l'alliage N18, tout en conservant une résistance à la propagation de fissure aussi bonne que celle du N18.
- Capacité de déformation plastique plus élevée (écart entre la résistance à la traction et la limite d'élasticité).
- Densité de l'alliage inférieure à 8.35 g.cm<sup>-3</sup>.

### 1.3.3 Mise au point de la composition chimique

Afin de développer cette nouvelle nuance de superalliage base nickel pour disques de turbine, un programme de recherche coopératif entre SNECMA, l'ONERA et le Centre des Matériaux de Mines-ParisTech a été lancé en 2000 par la DGA : programme de recherche PROMETHÉE. Ces travaux de recherche ont fait l'objet de publications [GUÉDOU, 2008 ; LOCQ, 2011]. Les recherches menées au Centre des Matériaux ont constitué le cœur des travaux d'I. Augustins-Lecallier dans le cadre de la préparation de sa thèse [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011]. On propose ici un résumé de la démarche qui fut adoptée pour aboutir à la définition de la composition chimique de ce nouvel alliage.

Les superalliages base nickel comportent une dizaine d'éléments d'addition. L'étude a donc débuté par le recensement des connaissances acquises concernant le rôle de ces éléments sur les propriétés physiques et mécaniques.

Puis, une réflexion a été engagée sur la formulation de compositions de manière à atteindre les objectifs suivants [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011] :

- Diminuer la fraction de phase  $\gamma'$  par rapport à celle du N18.
- Renforcer la phase  $\gamma'$  (augmentation du ratio (Ti + Nb + Ta)/Al).
- Renforcer le durcissement de solution solide de la matrice  $\gamma$  (substitution du molybdène par du tungstène).
- Maintenir une concentration en cobalt suffisante. En effet, le cobalt permet de maintenir une énergie de faute d'empilement basse, et permet aussi de diminuer la température de solvus des  $\gamma'$ .
- Optimiser les concentrations en éléments mineurs (C, B, Hf) pour renforcer les joints de grains.
- Préserver la bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion en conservant une teneur minimale en chrome.
- Éviter la formation de phase TCP (optimisation de la teneur en chrome).
- Limiter la densité de l'alliage.

Dans un premier temps, 12 nuances ont été formulées à partir d'une nuance de base, elle-même dérivée de la composition du N18, sur la base des connaissances de l'influence des éléments chimiques sur les propriétés microstructurales et mécaniques, sur la base de substitutions partielles (Mo/W ; Ti/Ta ; Ti/Nb) (cas de 9 nuances) et à l'aide d'outils permettant d'estimer un certain nombre de propriétés physiques à partir de la composition chimique, comme la densité (formule de Hull), la fraction volumique de phase  $\gamma'$ , la température de solvus et la stabilité microstructurale au regard de la formation des phases

TCP (New PHACOMP et paramètre  $Md$ ) [GUÉDOU, 2008]. Parmi ces 13 nuances (12 nuances + une nuance de base), 11 ont été formulées par l'ONERA et 2 par le Centre des Matériaux.

Les alliages expérimentaux ont ensuite été élaborés, par l'ONERA, par fusion dans un four à induction (VIM : Vacuum Induction Melting) suivie d'une pulvérisation centrifuge par le procédé de l'électrode tournante (REP : Rotating Electrode Process) et d'une densification par filage. Les deux alliages de référence, le N18 et le René88, ont également été élaborés selon le même procédé pour comparaison. La microstructure de ces 13 nuances expérimentales, ainsi que leurs propriétés mécaniques en traction et en fluage, ont ensuite été caractérisées et comparées avec les deux alliages de référence, N18 et René88.

Dans un second temps, les compositions chimiques ont été affinées sur la base de ces premiers résultats pour formuler 8 nuances expérimentales optimisées. Ces 8 nuances ont elles-aussi été élaborées à l'ONERA (VIM + REP + filage), puis caractérisées. En plus des essais de traction et de fluage, des essais de propagation de fissure ont également été réalisés.

Parmi ces 8 nuances, deux nuances ont montré des résultats très prometteurs [GUÉDOU, 2008] :

- L'alliage SMO48, qui présente des propriétés en traction très élevée, une très grande résistance au fluage, et une bonne stabilité microstructurale.
- L'alliage SMO43, qui présente également de très bonnes propriétés en traction, une bonne résistance au fluage, et surtout, une fraction volumique de  $\gamma'$  et une température de solvus plus basses.

Ces deux alliages font l'objet d'un brevet [AUGUSTINS-LECALLIER, 2008].

### 1.3.4 Composition chimique retenue

Un seul alliage a été sélectionné pour la réalisation d'études plus poussées concernant son traitement thermomécanique et son traitement thermique : l'alliage SMO43, renommé alliage N19, en référence à son prédécesseur, l'alliage N18.

Les compositions chimiques de l'alliage N19 et de l'alliage N18 sont comparées dans le Tableau 1-2.

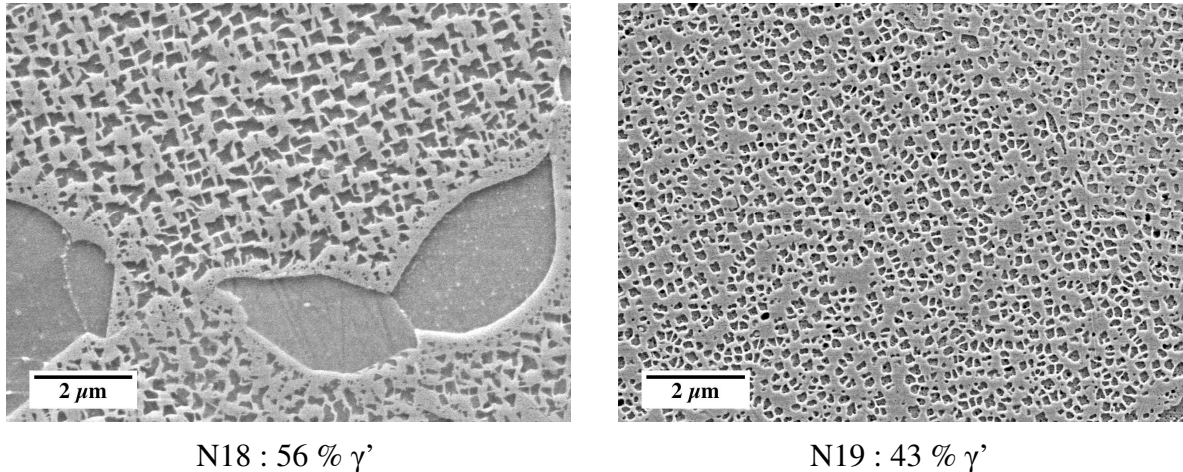
	Ni	Cr	Co	Mo	W	Al	Ti	Nb	Hf	Zr	C	B
<b>N18</b>	Bal.	11.5	15.7	6.5	-	4.35	4.35	-	0.50	0.03	0.015	0.015
<b>N19</b>	Bal.	<b>13.3</b>	<b>12.2</b>	<b>4.6</b>	<b>3.0</b>	<b>2.9</b>	<b>3.6</b>	<b>1.5</b>	<b>0.25</b>	<b>0.05</b>	<b>0.015</b>	<b>0.01</b>

**Tableau 1-2 : Comparaison des compositions chimiques en poids (wt.%) de l'alliage N18 [DUCROCQ, 1988] et de l'alliage N19 (SMO43) [GUÉDOU, 2008].**

Deux éléments ont fait leur apparition dans la composition du N19 en plus des éléments présents dans le N18 : il s'agit du tungstène et du niobium. Une partie de la teneur en molybdène a été substituée par du tungstène pour renforcer le durcissement de solution solide de la matrice  $\gamma$ . Le niobium a été ajouté pour augmenter le durcissement de la phase  $\gamma'$ .

Les teneurs en aluminium et en titane sont plus basses dans le N19 que dans le N18. L'aluminium étant un élément  $\gamma'$ -gène, c'est une des raisons pour laquelle la fraction volumique de précipités  $\gamma'$  du N19 est inférieure à celle du N18 (voir Figure 1-5). La fraction volumique évaluée de précipités  $\gamma'$  est de 56 % dans l'alliage N18 et de 43 % dans l'alliage

N19 [GUÉDOU, 2008]. La fraction volumique du N19 est relativement basse par rapport aux superalliages de la génération précédente comme le N18.



**Figure 1-5 : Comparaison des microstructures de l'alliage N18 (traitement thermique subsolvus) et de l'alliage N19 (traitement thermique supersolvus).**

La température de solvus des  $\gamma'$  du N19 (1145°C, [GUÉDOU, 2008]) est inférieure celle du N18 (1190°C [DUCROCQ, 1988]). De ce fait, la fenêtre de mise en solution est plus large, et offre ainsi la possibilité d'optimiser la microstructure du N19 par des traitements thermiques qui peuvent être réalisés aussi bien subsolvus que supersolvus, sans risque de brûlure de l'alliage.

Cependant, le développement d'un nouvel alliage ne se résume pas uniquement à la définition de sa composition chimique. Bien qu'étant une tâche très ardue, la formulation de la composition n'est que la première étape du développement d'un nouvel alliage. Les propriétés mécaniques d'un alliage sont certes étroitement liées à sa composition chimique, mais elles sont aussi très fortement dépendantes des paramètres des procédés thermomécaniques utilisés pour le mettre en forme et des paramètres de traitements thermiques. Ces derniers jouent un rôle déterminant sur les caractéristiques microstructurales, comme la taille de grains et la distribution de la phase  $\gamma'$ .

## 1.4 Optimisation des propriétés mécaniques

Afin d'optimiser les propriétés mécaniques de l'alliage N19, plusieurs voies ont été explorées :

- Optimisation du réseau de joints de grains par traitement thermomécanique,
- Optimisation de la microstructure par traitement thermique.

### 1.4.1 Traitements thermomécaniques

Un programme de recherche coopératif entre plusieurs industriels (SNECMA, TURBOMECA, Aubert&Duval) et plusieurs laboratoires de recherche (l'ONERA, le CEMEF et le Centre des Matériaux de Mines-ParisTech, l'Institut P', et le CEA) a été lancé, dont l'objectif est d'améliorer les propriétés mécaniques de superalliages base nickel par traitement thermomécanique (programme ORGANDI). On citera plus particulièrement deux études qui ont été réalisées en partie sur l'alliage N19 :

- Une étude portant sur l'adaptation des méthodes d'ingénierie des joints de grains au procédé de forgeage de plusieurs alliages, dont l'alliage N19, afin d'optimiser la résistance des joints de grains (Thèse de H.Tézenas du Montcel [TÉZENAS DU MONTCEL, 2012]).
- Une étude concernant le contrôle du maillage thermique et de la taille de grains par traitement thermomécanique dans un superalliage base nickel (Thèse de N. Souaï [SOUAÏ 2011]). Le superalliage essentiellement étudié dans cette étude était le PER<sup>®</sup>72, cependant des essais ont concerné l'alliage N19.

Ces deux études reposent sur l'ingénierie des joints de grains qui consiste à contrôler la distribution des indices de coïncidence  $\Sigma$  des joints de grains en appliquant des déformations en alternance avec des traitements thermiques. Un indice de coïncidence est attribué à un joint de grains selon la théorie des réseaux de coïncidence (CSL : Coincidence Site Lattice) et permet de décrire la « désorientation » entre les réseaux cristallins des deux grains séparés par ce joint. L'objectif est d'améliorer la tenue mécanique du réseau de joints de grains en augmentant la proportion de joints de grains à faible indice de coïncidence. Ceci repose sur l'hypothèse que plus l'indice de coïncidence est petit, plus la résistance mécanique du joint de grains est élevée [TÉZENAS DU MONTCEL, 2012].

### 1.4.2 Traitements thermiques

L'objectif de cette étude est d'optimiser la microstructure de l'alliage N19 par traitement thermique. Cette étude s'inscrit également dans le cadre d'un programme de recherche collaborative, à l'initiative de la DGA, entre SNECMA, l'ONERA et le Centre des Matériaux de Mines-ParisTech (programme DARTAGNAN).

Le traitement thermique d'un superalliage base nickel se compose généralement de trois étapes successives : une mise en solution, un refroidissement depuis la température de mise en solution, et un revenu (voir Figure 1-6). La mise en solution peut être effectuée :

- soit à une température inférieure à la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires : mise en solution **subsolvus**. Dans ce cas la mise en solution est partielle.
- soit à une température supérieure à la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires : mise en solution **supersolvus**. Dans ce cas la mise en solution est totale.

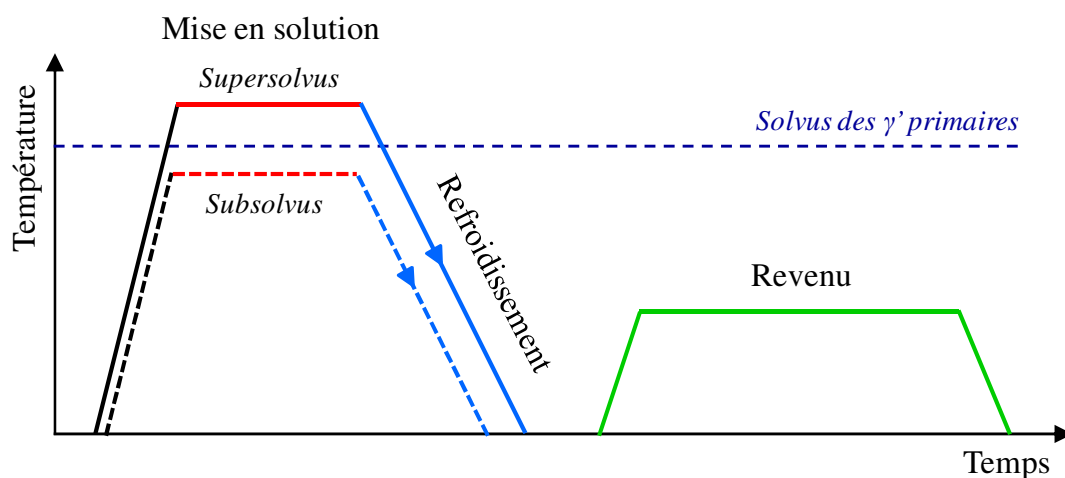


Figure 1-6 : Schéma des principales étapes de traitement thermique.



L'alliage N19 est un superalliage base nickel élaboré par métallurgie des poudres qui présente une structure biphasée  $\gamma / \gamma'$ . Afin d'optimiser le traitement thermique du N19, il est nécessaire de connaître l'effet des paramètres de cette séquence de traitements thermiques sur la microstructure, et plus particulièrement sur la répartition de la phase  $\gamma'$  dans la matrice  $\gamma$ . Les paramètres étudiés dans ce projet sont :

- la température et le temps de mise en solution,
- le chemin de refroidissement,
- la température et le temps de revenu.

#### 1.4.2.1 Mise en solution

La température de mise en solution joue un rôle sur la taille de grains. De nombreuses études ont montré que la taille de grains croît avec la température de mise en solution [DUCROCQ, 1988 ; CHANG, 1996 ; GABB, 2003 ; JACKSON, 1999 ; MITCHELL, 2008-B ; POLLOCK, 2006 ; TAKAHASHI, 2003]. L'étude de Locq *et al.* permet d'illustrer l'effet de la température de mise en solution sur la taille de grains et sur la fraction volumique de  $\gamma'$  de l'alliage NR3 (voir Figure 1-7) [LOCQ, 2000]. Lorsque la température est inférieure à la température de solvus des  $\gamma'$  primaires, la taille de grains est petite, tandis que, lorsque la température de mise en solution est plus proche de la température de solvus des  $\gamma'$  primaires, la taille de grains augmente.

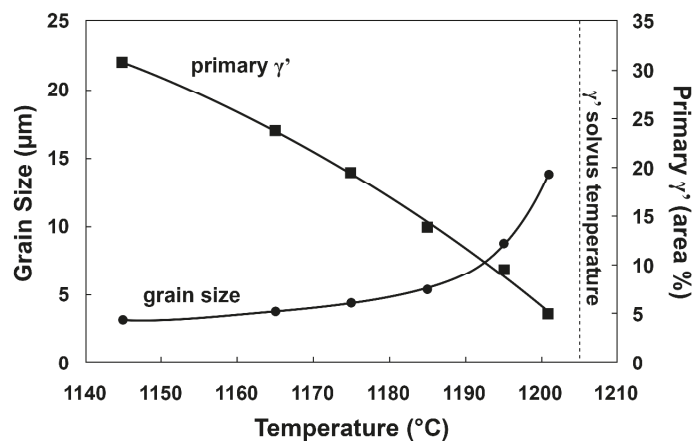
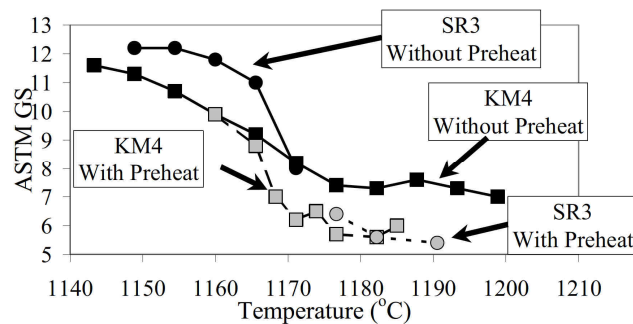


Figure 1-7 : Variation de la taille de grains et de la fraction surfacique de précipités  $\gamma'$  primaires en fonction de la température de mise en solution dans l'alliage NR3 [LOCQ, 2000].

La mise en solution peut aussi consister en plusieurs paliers de température : il s'agit de mise en solution étagée. Cette mise en solution étagée est utilisée par exemple pour approcher le seuil de brûlure et permet d'homogénéiser la microstructure [MONS, 1996]. Schirra *et al.* ont utilisé un prétraitement, qui consiste en une préchauffe de 1 ou 2 h à une température inférieure à la température de solvus des  $\gamma'$  primaires, suivi d'une montée en température jusqu'à des températures supersolvus pour réaliser le traitement de mise en solution sur deux superalliages base nickel expérimentaux, le KM4 et le SR3 [SCHIRRA, 2004]. Ils ont constaté que la taille de grains grossissait davantage lorsqu'un prétraitement était effectué (voir Figure 1-8).



**Figure 1-8 : Augmentation de la taille de grains avec la température de mise en solution dans le cas des alliages KM4 et SR3 [SCHIRRA, 2004].**

Les propriétés en traction sont généralement plus élevées après un traitement subsolvus qu'après un traitement supersolvus. Ainsi, il a été vérifié dans de nombreuses études que, pour un superalliage donné, une microstructure à grains fins présente une limite d'élasticité à haute température plus élevée qu'une microstructure à gros grains [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011 ; DUBIEZ-LEGOFF, 2003 ; LOCQ, 2000 ; SANSOZ, 2000 ; SCHIRRA, 2004 ; TELESMA, 2004].

La durée de vie en fatigue oligocyclique est également plus longue dans le cas d'une microstructure à grains fins [JAIN, 2000 ; GABB, 2011].

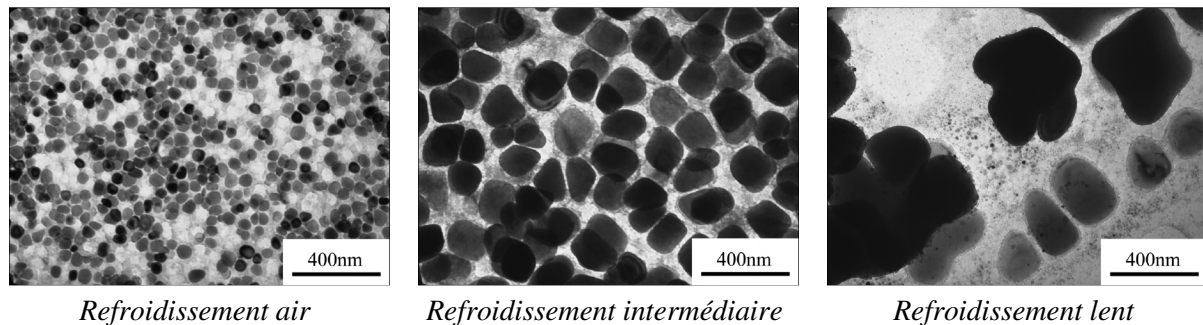
Une microstructure à gros grains présente une meilleure résistance au fluage à haute température sous des contraintes moyennes, pour lesquelles le fluage se produit essentiellement par glissement aux joints de grains [GUÉDOU, 1992 ; JAIN, 2000 ; AUGUSTINS-LECALLIER, 2011], et une meilleure résistance à la propagation de fissure avec temps de maintien à haute température qu'une microstructure à grains fins [HIDE, 2000 ; JAIN, 2000 ; SANSOZ, 2000 ; GAYDA, 2004 ; TELESMA, 2004].

Or, dans un disque de turbine, il est nécessaire d'avoir un matériau qui présente de bonnes propriétés en traction et en fatigue pour la partie du disque proche de l'alésage, et une bonne résistance au fluage et à la propagation de fissure dans la zone en périphérie du disque. Plusieurs auteurs ont examiné la possibilité de faire une mise en solution provoquant un gradient de tailles de grains entre le centre et la périphérie de l'ébauche du disque lors du traitement thermique, de manière à avoir une microstructure à grains fins proche du centre, et une microstructure à gros grains en périphérie (dual microstructure heat treatment) [GAYDA, 2004 ; MOURER, 2004 ; MITCHELL, 2008-B].

#### 1.4.2.2 Refroidissement

Le refroidissement a essentiellement un effet sur la distribution et la morphologie des  $\gamma'$  secondaires, comme nous l'avons vu précédemment au paragraphe 1.2.2. Plusieurs études ont vérifié que la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires augmente lorsque la vitesse de refroidissement diminue, et que ce changement de taille s'accompagne également d'une modification morphologique de ces précipités : une vitesse de refroidissement rapide conduit à la précipitation de  $\gamma'$  de petite taille et de forme sphérique, tandis qu'une vitesse de refroidissement lente conduit à la précipitation de  $\gamma'$  de plus grande dimension et de morphologie allant de cubique à octocubique pour les plus gros  $\gamma'$  (voir Figure 1-9) [GAYRAUD, 1995 ; MITCHELL, 2004]. Cependant, les vitesses de refroidissement pour lesquelles se produisent le passage d'une morphologie sphérique à une forme cubique et le passage d'une forme cubique à une forme d'octocube dépendent de l'alliage considéré

[AUGUSTINS-LECALLIER, 2011], et pour un même alliage, de la température de mise en solution subsolvus à partir de laquelle le refroidissement est effectué [BHOWAL, 1990].



**Figure 1-9 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la taille et la morphologie des précipités  $\gamma'$  secondaires dans l'alliage UC02 [MITCHELL, 2004].**

Plusieurs études ont porté sur l'effet d'un refroidissement en deux temps sur la microstructure et les propriétés mécaniques : un premier refroidissement à vitesse lente jusqu'à une certaine température de transition, puis un second refroidissement à vitesse plus rapide. Ces études ont été menées dans plusieurs buts :

- Simuler le refroidissement d'une pièce massive [KISSINGER, 1996]. Au cours de l'étape de refroidissement d'un traitement thermique industriel, il y a un délai entre la sortie du four de mise en solution et la trempe. Pendant ce délai, la température de la pièce diminue plus lentement que lors d'un refroidissement immédiat à vitesse élevée, ce qui a pour effet de diminuer le gradient thermique entre le cœur et la surface de la pièce, et donc de réduire le risque de fissuration lors de la trempe d'une pièce massive. Cette étude a montré que la température de transition a un effet plus important sur les propriétés mécaniques (traction, fluage à rupture et propagation de fissure avec temps de maintien) que la première vitesse de refroidissement, dans les gammes de vitesses et de températures explorées.
- Étudier la précipitation des  $\gamma'$  au cours du refroidissement [MAO, 2002]. De cette étude il est ressorti que, pour des couples de vitesses identiques, les précipités  $\gamma'$  secondaires étaient d'autant plus gros que la température de transition était basse.

Certains auteurs ont étudié l'effet d'une étape de remise en solution subsolvus après une mise en solution supersolvus suivie de différentes vitesses de refroidissement. Ainsi, Telesman *et al.* ont observé qu'une telle étape permettait d'obtenir une précipitation bi-modale de  $\gamma'$  secondaires : au cours du refroidissement suivant la première mise en solution supersolvus, une première génération de  $\gamma'$  secondaires précipite. La seconde mise en solution subsolvus, permet d'homogénéiser la taille de cette première génération de  $\gamma'$  secondaires et de faire précipiter, au cours du refroidissement qui suit cette remise en solution, une seconde génération de  $\gamma'$  secondaires répartis entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération [TELESMAN, 2004].

Comme nous l'avons vu, le refroidissement peut se composer d'une ou plusieurs vitesses de refroidissement successives, c'est pourquoi le terme préférentiellement utilisé dans cette étude est chemin de refroidissement au lieu de vitesse de refroidissement.

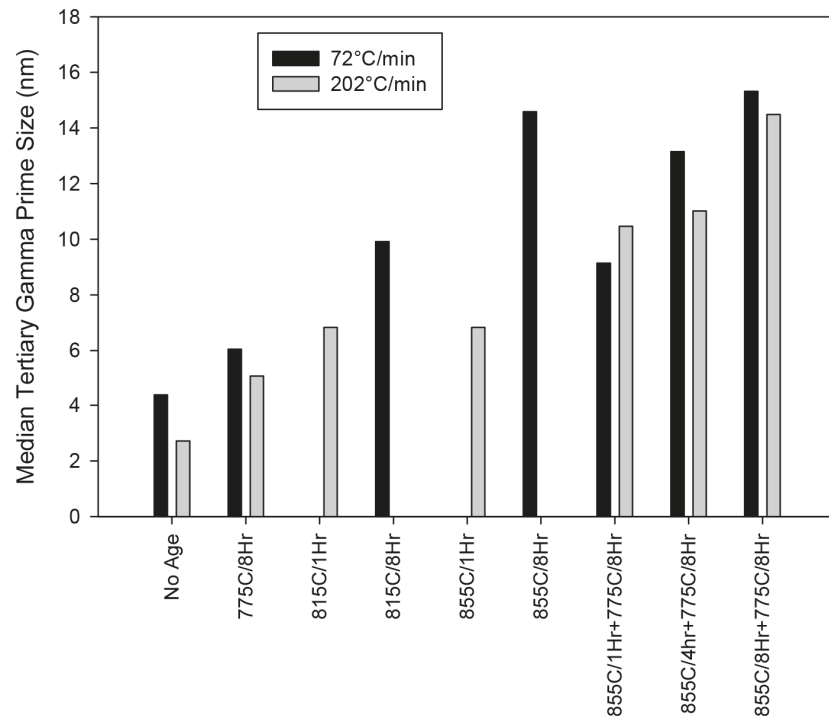
Plusieurs études ont mis en évidence l'effet de la vitesse de refroidissement et donc de la distribution et de la morphologie des précipités  $\gamma'$  secondaires sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel :



- Une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction avec la vitesse de refroidissement a souvent été observée dans les superalliages base nickel élaborés par métallurgie des poudres comme le René95 [BHOWAL, 1990], le N18 [GUÉDOU, 1992], le René88DT [MAO, 2002], et le LSHR [GABB, 2008]. Comme le montrent les résultats des essais de traction sur le N19, Bhowal *et al.* et Mao *et al.* ont constaté que l'effet de la vitesse de refroidissement est plus marqué sur la limite d'élasticité que sur la résistance à la traction [BHOWAL, 1990 ; MAO, 2002]. En effet, lorsque la vitesse de refroidissement diminue, la distance entre les précipités  $\gamma'$  augmente, ce qui rend plus facile le contournement des précipités par les dislocations (contournement d'Orowan), d'où une diminution de la limite d'élasticité (*cf.* § 1.2.2). Par contre, la limite à la rupture dépend de l'écrouissage et de l'endommagement, ce qui est moins directement lié à la taille des précipités, mais davantage à la taille des grains et aux phases aux joints de grains.
- Une meilleure résistance au fluage est associée à des refroidissements rapides et à des précipités  $\gamma'$  secondaires de petite taille. Bhowal *et al.* ont également observé une augmentation de la déformation après 400 h de fluage à 650°C sous 850 MPa avec l'augmentation de la taille des précipités et de la distance entre ces précipités dans l'alliage René95 [BHOWAL, 1990]. De même, Gabb *et al.* ont constaté une augmentation du temps pour atteindre 0.2 % de déformation en fluage à 704°C sous 690 MPa avec la vitesse de refroidissement lors du traitement thermique de l'alliage LSHR [GABB, 2008].
- Une meilleure résistance à la propagation de fissure avec temps de maintien a été observée dans le cas des microstructures issues de refroidissements lents, avec des  $\gamma'$  secondaires de plus grande taille et des distances plus grandes entre ces précipités [CHANG, 1990 ; GABB, 2008 ; HIDE, 2000 ; TELESMA, 2004 ; TELESMA, 2008].

#### 1.4.2.3 Revenu

Le traitement de revenu permet de faire croître les précipités  $\gamma'$  tertiaires et d'homogénéiser leur distribution (*cf.* § 1.2.2). Telesman *et al.* ont étudié l'effet de la température et du temps de revenu sur le diamètre médian des précipités  $\gamma'$  tertiaires dans le superalliage LSHR [TELESMA, 2008]. Comme le montre le graphique de la Figure 1-10, plus la température est élevée et plus la durée du revenu est longue, plus le diamètre médian des précipités  $\gamma'$  tertiaires est grand. Un second revenu permet de faire croître davantage ces précipités. Ce graphique montre également un effet de la vitesse de refroidissement sur la taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires : la vitesse de refroidissement la plus rapide conduit à une précipitation plus fine de  $\gamma'$  tertiaires. En effet, la diffusion qui contrôle à la fois la germination et la cinétique de croissance est sans doute plus limitée dans le cas d'un refroidissement plus rapide, ce qui se traduira par un plus grand nombre de germes dont la croissance en fin de refroidissement sera plus faible.

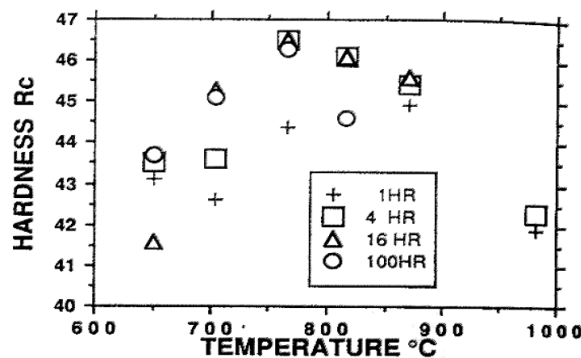


**Figure 1-10 : Effet des conditions de revenu sur le diamètre médian des précipités  $\gamma'$  tertiaires en fonction de la vitesse de refroidissement dans le cas de l'alliage LSHR [TELESMAN, 2008].**

Gabb *et al.* ont constaté dans l'alliage LSHR que la dispersion de taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires était plus large dans une microstructure brute de trempe que dans une microstructure revenue, avec une taille minimale et moyenne de précipités  $\gamma'$  tertiaires inférieures à celles mesurées après revenu [GABB, 2008]. L'application d'un revenu entraîne à la fois une réduction de cette dispersion de taille et une augmentation de la taille moyenne des précipités  $\gamma'$  tertiaires. Cependant, un revenu à température trop élevée entraîne une réduction de la fraction volumique de phase  $\gamma'$  précipitée sous forme de tertiaires [LOCQ, 2000].

L'étape de revenu est souvent composée de deux traitements, comme dans le cas du traitement thermique standard de l'alliage N18 [MONS, 1996]. Cependant, il a été suggéré qu'un seul traitement pouvait être suffisant dans le cas de l'alliage N18 par Wlodek *et al.* [WLODEK, 1992] et dans le cas de l'alliage Udimet720Li par Jackson *et al.* [JACKSON, 1999]. Dans le cas de l'Udimet720Li, des niveaux de dureté comparables à ceux atteints après un double revenu ont été obtenus après une seule étape de revenu [JACKSON, 1999].

Des mesures de dureté après des revenus effectués dans différentes conditions ont montré que la dureté de l'alliage atteignait une valeur maximale pour une température donnée. Comme le montrent les résultats des travaux de Wlodek *et al.* dans leur étude sur la microstructure de l'alliage N18 (voir Figure 1-11), la température pour laquelle un pic de dureté est atteint varie en fonction de la durée du revenu [WLODEK, 1992]. La température et la durée du revenu d'un alliage sont généralement optimisées de manière à obtenir la dureté la plus élevée.



**Figure 1-11 : Effet de la température et de la durée du revenu sur la dureté de l'alliage N18 après une mise en solution à 1166°C suivie d'une trempe huile [WLODEK, 1992].**

Il a été également observé que le traitement de revenu avait un effet sur la limite d'élasticité en traction à haute température. Locq *et al.* ont étudié l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température de revenu dans le cas de l'alliage NR3, et ont mesuré une limite d'élasticité pour la température de revenu conduisant à un pic de dureté de l'alliage mesuré à température ambiante [LOCQ, 2000]. Gabb *et al.* ont constaté une baisse de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction avec l'augmentation de la température de revenu dans le cas d'un traitement thermique supersolvus de l'alliage LSHR suivi d'un refroidissement lent [GABB, 2008]. Par contre, ils n'ont pas constaté de variation de la limite d'élasticité et de la résistance à la rupture avec la température de revenu après un refroidissement rapide. Ils constatent que l'effet de la température de revenu sur les propriétés en traction est moins marqué que l'effet de la vitesse de refroidissement après l'étape de mise en solution, pour les températures de revenu et les vitesses de refroidissement étudiées.

Les précipités  $\gamma'$  tertiaires jouent un rôle important sur la tenue en fluage de l'alliage. Plusieurs auteurs ont constaté une augmentation de la résistance au fluage associée à une précipitation fine de  $\gamma'$  tertiaires, et donc à une température de revenu plus basse [GABB, 2008 ; JACKSON, 1999 ; LOCQ, 2004]. Plus la température de revenu est basse, plus la densité de précipités  $\gamma'$  tertiaires dans les couloirs entre les  $\gamma'$  secondaires est élevée, et plus la résistance au fluage est élevée (dans les gammes de température de revenu explorées par ces auteurs). En effet, la présence de fins précipités  $\gamma'$  tertiaires constituent un obstacle au déplacement des dislocations, qui doivent alors se dissocier pour pouvoir cisailier ces précipités  $\gamma'$  tertiaires, comme cela a été mis en évidence dans l'alliage NR3 par Locq *et al.* [LOCQ, 2004]. Ils ont montré également que la remise en solution de ces  $\gamma'$  tertiaires, suite à un revenu à température trop élevée, entraînait une chute de la résistance au fluage de l'alliage NR3 [LOCQ, 2004].

Telesman *et al.* ont étudié l'effet de la précipitation des  $\gamma'$  tertiaires sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage : ils ont constaté une diminution de la vitesse de propagation de fissure lorsque la taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires augmente [TELESMAN, 2008]. Par exemple, ils ont mesuré une vitesse de propagation de fissure environ 5 fois plus faible dans le cas d'une microstructure présentant une population de précipités  $\gamma'$  tertiaires dont le rayon équivalent médian était de 16 nm (revenu 855°C/8h + 775°C/8h) par rapport au cas d'une microstructure dont le rayon équivalent médian de ces précipités était de 9 nm (revenu 855°C/1h + 775°C/8h).

## 1.5 Conclusion

Le développement des superalliages base nickel remonte au début des années 1930. L'amélioration des propriétés mécaniques de ces alliages est, depuis lors, l'objet de nombreuses recherches. C'est dans cette optique que s'inscrit le développement de l'alliage N19.

La microstructure biphasée  $\gamma / \gamma'$  des superalliages confère à ces alliages leur grande résistance à relativement haute température (entre 400 et 700°C). Pour pouvoir développer un nouvel alliage, il est donc important de connaître la microstructure des superalliages base nickel et les mécanismes de renforcement qui y sont associés. L'alliage N19 a été développé dans le but de répondre à plusieurs spécifications industrielles. Nous retiendrons que :

- cet alliage doit avoir des propriétés mécaniques au moins aussi élevées que celles de l'alliage N18,
- cet alliage doit présenter une meilleure stabilité microstructurale que le N18 à haute température,
- cet alliage doit pouvoir être traité thermiquement aussi bien subsolvus, en vue d'une application haute résistance, que supersolvus, en vue d'une application haute température.

L'objectif de cette étude est de déterminer les paramètres de traitements thermiques qui permettent d'obtenir des propriétés mécaniques optimisées. Trois étapes interviennent dans le traitement thermique : la mise en solution, le refroidissement et le revenu. Or, les paramètres de traitements thermiques, en modifiant notamment la distribution des précipités  $\gamma'$  et la taille de grains, jouent un rôle déterminant sur les propriétés mécaniques de l'alliage. C'est pourquoi, il est fondamental de déterminer, dans un premier temps (*cf.* Chapitre 3), quel est le rôle de chacun des paramètres de traitements thermiques sur la taille de grains et sur la distribution des précipités  $\gamma'$  primaires, secondaires et tertiaires. Nous allons nous intéresser à chacune des étapes du traitement thermique. Les méthodes et techniques utilisées pour la réalisation des traitements thermiques et l'examen des microstructures obtenues sont présentées dans le Chapitre 2.



---

# Chapitre 2 - Techniques expérimentales et méthodes

---

## Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Le matériau étudié : composition chimique et élaboration par métallurgie des poudres.....</b>	<b>38</b>
<b>2.2</b>	<b>Traitements thermiques.....</b>	<b>40</b>
<b>2.3</b>	<b>Caractérisations microstructurales .....</b>	<b>43</b>
2.3.1	Mesure de la fraction surfacique des précipités $\gamma$ primaires .....	44
2.3.2	Détermination de la taille de grains .....	45
2.3.3	Analyse des précipités $\gamma$ secondaires et tertiaires.....	50
2.3.3.1	<i>Microscopie Électronique à Balayage</i> .....	50
2.3.3.2	<i>Microscopie Électronique en Transmission</i> .....	51
2.3.3.2.1	Préparation des lames minces.....	51
2.3.3.2.2	Observations des lames minces au MET .....	52

---

Ce chapitre présente la composition du matériau de l'étude ainsi que son mode d'élaboration par métallurgie des poudres, le four dans lequel les traitements thermiques avec refroidissement contrôlé ont été effectués, et enfin, les moyens et techniques expérimentaux utilisés pour caractériser les microstructures issues des multiples traitements thermiques.

## 2.1 Le matériau étudié : composition chimique et élaboration par métallurgie des poudres

Le matériau de l'étude a été fourni sous la forme de dix galets bruts de forgeage. Les fourchettes de composition chimique de l'alliage N19 spécifiées dans le brevet [AUGUSTINS-LECALLIER, 2008] ainsi que la moyenne des compositions chimiques mesurées par ICPAES (données Aubert & Duval) sur les trois barres filées à partir desquelles les galets de l'étude ont été forgés sont données dans le Tableau 2-1.

	N19	Ni	Cr	Co	Mo	W	Al	Ti	Nb	Hf	Zr	C	B
Brevet	Min.	Bal.	11.5	11.5	3.4	3.0	2.2	3.5	0.5	0.25	0.00	0.015	0.010
	Max.	Bal.	13.5	16.0	5.0	5.0	3.2	5.0	2.0	0.35	0.07	0.030	0.020
Mesures		Bal.	12.9	11.7	4.7	3.2	2.5	3.8	1.6	0.3	0.06	0.022	0.015

**Tableau 2-1 : Fourchettes de composition chimique en poids (wt.%) de l'alliage N19 spécifiées dans le brevet [AUGUSTINS-LECALLIER, 2008] et moyenne des compositions chimiques mesurées par ICPAES (données Aubert & Duval) sur les trois barres filées en N19.**

Une dizaine d'éléments d'alliage entre dans la composition de l'alliage N19. De ce fait, le matériau de l'étude a été élaboré par métallurgie des poudres. Ce procédé d'élaboration permet, en effet, de limiter les problèmes de ségrégation des éléments d'alliage, et d'obtenir des microstructures plus homogènes que par la voie d'élaboration conventionnelle.

La première étape de ce procédé d'élaboration par métallurgie des poudres consiste à faire fondre les différents éléments d'addition dans un four à induction sous vide (VIM : Vacuum Induction Melting). La poudre est ensuite obtenue, à partir du lingot, par pulvérisation du métal liquide sous un flux d'argon (AA : Atomisation Argon). Cette méthode permet une solidification rapide du métal sous forme de fines particules de même composition, et permet ainsi de réduire significativement la ségrégation [SIMS, 1987 ; GESSINGER, 1984]. Il existe d'autres techniques pour produire les poudres, comme le procédé de l'électrode tournante (REP : Rotating Electrode Process) [GESSINGER, 1984 ; SIMS, 1987].

La poudre du matériau de cette étude a été obtenue par atomisation argon, car cette technique permet d'obtenir des poudres avec une composition plus homogène que celle des poudres élaborées par électrode tournante. I. Augustins-Lecallier a comparé les microstructures, après filage et après traitement thermique, de deux alliages dont les poudres ont été obtenues, soit par atomisation argon (AA), soit par électrode tournante (REP) [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011]. Elle a constaté que la microstructure brute de filage des alliages AA était homogène, tandis que la microstructure des alliages REP était hétérogène. En effet, contrairement à l'élaboration par atomisation argon, lors de l'élaboration des poudres par électrode tournante, la fusion est locale dans la pointe du lingot constituant l'électrode, qui a une composition hétérogène, ce qui entraîne une variation de la composition d'une particule de poudre à une autre. Cependant, I. Augustins-Lecallier a observé que, si cette hétérogénéité reste plus ou

moins visible en fonction de la composition chimique de l'alliage considéré après un traitement thermique subsolvus, cette hétérogénéité est atténuée après un traitement thermique supersolvus.

La poudre obtenue par atomisation argon de l'alliage est ensuite tamisée afin de réduire le nombre et la taille des particules de céramique pouvant provenir des étapes d'élaboration précédentes, car les particules de céramique peuvent constituer des sites d'amorçage pour des fissures. Un tamisage à 53  $\mu\text{m}$  a été utilisé pour le matériau de cette étude. La poudre tamisée est ensuite placée dans des conteneurs en acier pour être densifiée, sous l'effet de la pression et de la température, par compaction isostatique à chaud (CIC). La compaction isostatique à chaud permet de fritter les grains de poudre et de combler les espaces vides entre ces grains. Cette étape est ensuite suivie d'un filage subsolvus.

L'alliage N19 de l'étude a été élaboré par Aubert & Duval, depuis la première étape de fusion des éléments d'alliage jusqu'à l'atomisation argon et la mise en containers. Trois barres filées et dégainées ont été, au final, fournies à SNECMA. Chaque barre a ensuite été découpée en trois ou quatre lopins. Puis, ces lopins ont été mis en forme par forgeage isotherme par SNECMA afin d'obtenir les dix galets de l'étude.

Après forgeage, l'application d'une gamme de traitements thermiques est nécessaire afin d'obtenir une microstructure dont les propriétés mécaniques sont optimales. Les propriétés mécaniques de l'alliage sont étroitement liées à ses caractéristiques microstructurales, qui elles-mêmes dépendent des paramètres de traitements thermiques. Pour cette étude, les traitements thermiques n'ont pas été réalisés sur les galets entiers, mais sur des échantillons de métallographie et des ébauches prélevés dans ces galets.

La première partie de cette étude a pour objectif d'étudier l'influence des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure de l'alliage N19. Les traitements thermiques ont été réalisés sur des échantillons cylindriques de 12 mm de diamètre et de 20 mm de long, appelés échantillons de métallographie, qui ont été prélevés dans deux des dix galets (voir Annexe A.1). Les différents paramètres de traitements thermiques analysés sont détaillés dans le paragraphe 2.2 et dans le Chapitre 3.

La seconde partie de l'étude concerne l'effet des paramètres de traitements thermiques et de la microstructure sur les propriétés mécaniques de l'alliage. Des ébauches cylindriques de 13 mm de diamètre et de 65 à 70 mm de long ont été prélevées dans les huit galets restants (voir Annexe A.2). Ces ébauches ont ensuite été traitées thermiquement par SNECMA avant d'être usinées pour réaliser les éprouvettes d'essais mécaniques nécessaires à cette seconde partie de l'étude. Les détails des traitements thermiques et des essais qui ont été réalisés sont donnés dans le Chapitre 4.



## 2.2 Traitements thermiques

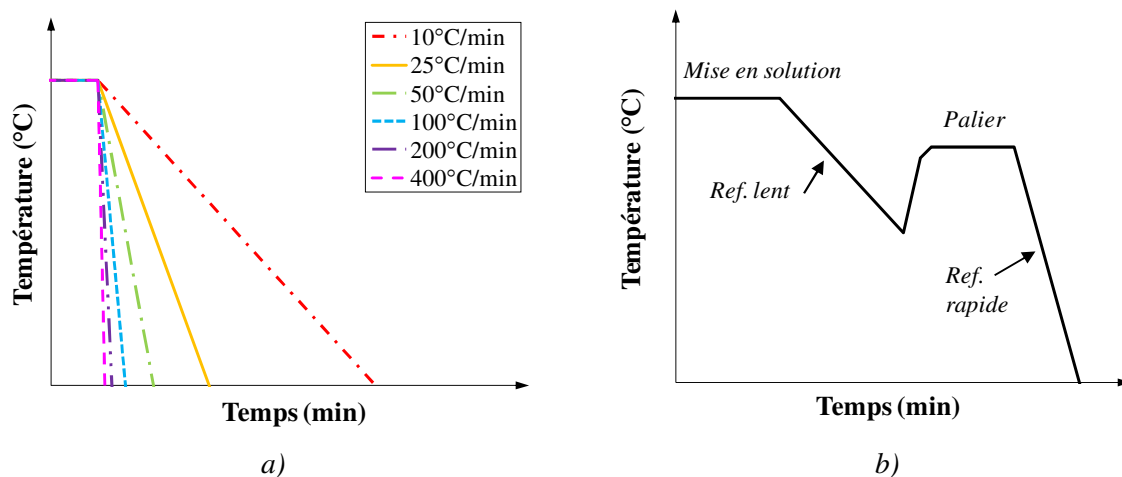
Le traitement thermique final sur pièce peut être décomposé en trois étapes (*cf.* Chapitre 1, § 1.4.2) :

- la mise en solution,
- le refroidissement,
- le revenu.

Nous nous sommes donc intéressés à l'effet des paramètres de chacune de ces étapes sur la microstructure de l'alliage N19.

Dans un premier temps, nous avons fait varier uniquement la température et la durée du temps de maintien lors du traitement de mise en solution, puis un refroidissement air a été appliqué. Dans un second temps, seules les conditions de refroidissement ont été modifiées. Enfin, dans un troisième temps, nous avons fait varier uniquement les conditions du traitement de revenu (température et durée). Les températures, les vitesses de refroidissement et les durées des maintiens en température sont présentées dans le Chapitre 3.

Pour réaliser ces traitements thermiques, un four a été spécialement conçu au Centre des Matériaux [RAPOSO, 2008]. Ce four possède une faible inertie thermique, et est capable d'effectuer des refroidissements contrôlés dans une large gamme de vitesses (comprises entre 10°C/min et 400°C/min, voir Figure 2-1-a), mais aussi de suivre des chemins de refroidissement complexes, incluant plusieurs vitesses de refroidissement et des remontées en température suivies également de refroidissements contrôlés (voir Figure 2-1-b).



**Figure 2-1 : Schéma des conditions de refroidissement qui peuvent être réalisées dans le four à lampes.**

Ce four comporte trois zones (voir Figure 2-2-a) : une zone centrale dans laquelle est placé l'échantillon à traiter, et deux zones, de part et d'autre de la zone centrale, qui permettent de compenser les pertes de chaleur afin de limiter le gradient thermique longitudinal, suivant la hauteur, dans les échantillons traités. Chaque zone du four comporte quatre lobes elliptiques. Les éléments chauffants sont des lampes à incandescence, à halogène, de 1000 W, positionnées chacune à l'un des foyers de chaque ellipse. L'échantillon est placé à la verticale, au niveau du second foyer des ellipses, qui est commun aux quatre ellipses (voir Figure 2-2-b).

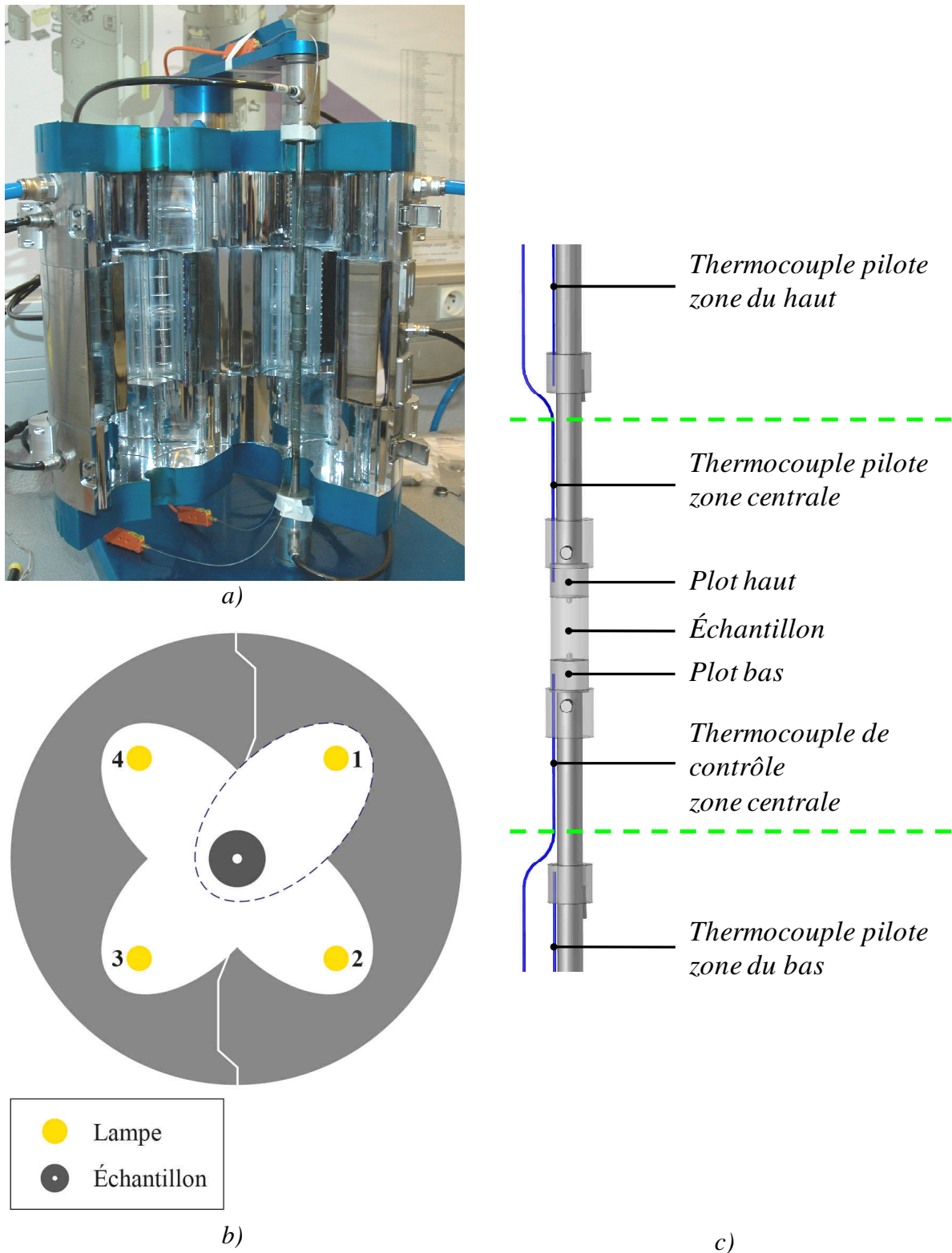


Figure 2-2 : a) Vue d'ensemble du four de traitement thermique à lampes à incandescence halogène. b) Schéma de la zone centrale du four : vue en coupe représentant les quatre lobes elliptiques, la position des lampes et la position de l'échantillon en chacun des foyers de ces ellipses. c) Schéma représentant le système de maintien de l'échantillon à l'aide de deux tiges et la localisation des thermocouples de pilotage et de contrôle de la température.

L'échantillon est maintenu verticalement entre deux tiges réalisées en superalliage base nickel (N18). Deux thermocouples coaxiaux de type S (platine / platine rhodié), permettant le

pilotage et le contrôle de la température dans la zone centrale du four, sont insérés dans deux plots intercalés entre les tiges de maintien et l'échantillon (voir Figure 2-2-c). Ces plots ont été réalisés en alliage N19 pour avoir la même conductivité thermique que l'échantillon. Deux thermocouples coaxiaux de type S sont insérés dans des bagues fixées sur les tiges de maintien dans la zone du haut et dans la zone du bas du four, pour piloter la température dans ces deux zones (voir Figure 2-2-c).

Le refroidissement est assuré par la simple réduction de puissance ou l'extinction complète des lampes, en début de refroidissement ou dans le cas d'un refroidissement lent ( $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), et/ou par l'injection contrôlée d'air comprimé dans le four *via* des orifices répartis le long des parois du four. La pression d'air comprimé est de 2 bars. Le débit d'air est régulé à l'aide d'une servo-valve.

Les rampes et les paliers de température sont imposés à l'aide de trois régulations de marque Eurotherm (une pour chacune des trois zones du four). Une même température de consigne est envoyée aux trois Eurotherms, mais chaque zone est régulée indépendamment des deux autres.

Initialement, tous les traitements thermiques auraient dû être réalisés dans ce four. Cependant, la réalisation des premiers traitements thermiques a mis en évidence plusieurs anomalies qui ont dû être corrigées avant de pouvoir procéder à la campagne de traitements thermiques. Tout d'abord, des ajustements de la pression d'air et des paramètres PID des régulations Eurotherm ont été nécessaires afin de contrôler la vitesse de refroidissement depuis la température de mise en solution jusqu'à une température inférieure à  $600^{\circ}\text{C}$  pour toutes les vitesses de refroidissement utilisées dans cette étude. Ensuite, il a été constaté un écart important entre la température de l'échantillon et la température de consigne du four. Le positionnement des thermocouples a donc été modifié pour aboutir à la configuration présentée Figure 2-2-c). Une calibration entre la température de consigne et la température mesurée par le thermocouple de contrôle a également été réalisée. Enfin, l'observation en coupe des premiers échantillons traités a révélé la présence d'un gradient radial de la fraction surfacique de précipités  $\gamma'$  primaires, directement lié à un gradient radial de température estimé à une dizaine de degrés dans les échantillons traités. Ce gradient provenait d'un problème d'alignement entre les tiges supportant l'échantillon et le foyer du four commun aux quatre lobes elliptiques. Des modifications ont été apportées au four et aux tiges de manière à corriger l'alignement. Toutefois, aucun gradient thermique n'a été constaté dans le sens de la longueur de l'échantillon (c'est-à-dire dans la hauteur du four) ce qui montre l'efficacité de la compensation des pertes de chaleur grâce aux deux zones de part et d'autre de la zone centrale du four. Ces ajustements et modifications ont pris un temps non négligeable dans le déroulement de l'étude.

Malgré les efforts déployés, le gradient thermique radial n'a pas pu être corrigé parfaitement, notamment à cause du fluage des tiges de maintien, au fur et à mesure de la réalisation des traitements thermiques. Ce gradient thermique est problématique pour la réalisation des traitements thermiques dont la température de maintien est proche de la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires. De ce fait, les traitements thermiques ne nécessitant pas un contrôle de la vitesse de refroidissement – les traitements de mise en solution destinés à étudier l'influence de la température et de la durée de mise en solution – ont été réalisés dans des fours traditionnels dont les éléments chauffants sont des résistances.

Ainsi, les traitements thermiques avec variation de la température et du temps de mise en solution, dont le but était de déterminer avec précision la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires, ont été réalisés dans un four à résistances de la marque Pyrox. Ces traitements

ont été réalisés sous un balayage d'argon pour limiter l'oxydation pendant le traitement à haute température. À l'issue du temps de maintien à la température de mise en solution souhaitée (2 h ou 4 h selon les traitements), les échantillons ont été retirés rapidement du four et placés sur une brique réfractaire pour être refroidis à l'air.

Les traitements thermiques devant permettre d'étudier l'effet du chemin de refroidissement sur la microstructure du N19 ont pu être réalisés dans le four à lampes car les températures de mise en solution choisies étaient suffisamment éloignées de la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires. Ces traitements ont consisté, soit en une mise en solution totale (supersolvus), soit en une mise en solution partielle (subsolvus), suivie d'un refroidissement à une ou deux pentes, avec différentes vitesses de refroidissement et différentes températures de transition entre les deux vitesses. Des traitements thermiques, comportant un maintien en température suivi d'un premier refroidissement jusqu'à une température supérieure à 1000°C, puis d'une remontée en température suivie d'un palier de ré-homogénéisation et d'un second refroidissement, ont également été étudiés (voir Figure 2-1 b) et Chapitre 3, § 3.3.3.

L'étude de l'influence des conditions de revenu sur la microstructure du N19 s'est déroulée de la façon suivante : tout d'abord, les échantillons ont été traités trois par trois dans le four à lampes pour effectuer la mise en solution suivie d'un refroidissement contrôlé. Le traitement de revenu a ensuite été réalisé sur chacun de ces mêmes échantillons dans un four à résistances sous un balayage d'argon à l'ONERA.

Au total, 59 traitements thermiques différents ont été réalisés :

- 19 traitements de mise en solution suivie d'un refroidissement air pour déterminer la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires et étudier l'effet de la température de mise en solution sur la taille de grains (voir Chapitre 3, § 3.2) ;
- 22 traitements consistant en une mise en solution suivie de conditions de refroidissement différentes (refroidissements avec une seule vitesse, refroidissements avec deux vitesses (refroidissement double-pente), et refroidissements incluant une remontée en température (refroidissements à paliers)) ;
- 18 traitements permettant d'étudier l'influence de la température de revenu. Des revenus de 24 h ont également été étudiés.

## 2.3 Caractérisations microstructurales

Après traitement thermique, la microstructure des échantillons a été examinée en microscopie électronique à balayage (MEB) afin de caractériser l'effet des différents paramètres de traitements thermiques sur la microstructure de l'alliage N19. Les caractéristiques microstructurales étudiées sont :

- la fraction surfacique des précipités  $\gamma'$  primaires ;
- la taille de grains ;
- la répartition, la taille et la morphologie des précipités  $\gamma'$  secondaires et des précipités  $\gamma'$  tertiaires.

Deux microscopes à balayage (MEB) ont été utilisés en fonction des observations à réaliser :

- un MEB de type FEG ZEISS DSM982 Gemini pour les observations en électrons secondaires (secondary electron, SE) à grandissement élevé, les observations en électrons rétro-diffusés (back-scatter electron, BSE) et pour la réalisation des cartographies d'orientations cristallines en EBSD (electron backscatter diffraction) avec un pas d'acquisition inférieur à 1  $\mu\text{m}$  ;

- un MEB de type W LEO 1450VP pour la réalisation des cartographies d'orientations cristallines en EBSD avec un pas d'acquisition supérieur à 1  $\mu\text{m}$ .

Toutes les observations ont été effectuées sur des coupes radiales à mi-hauteur des échantillons traités thermiquement (voir Figure 2-3), après polissage mécanique de la surface, suivi éventuellement soit d'une attaque chimique pour effectuer les observations en électrons secondaires, soit d'un polissage avec une suspension de silice colloïdale (OPS) pour effectuer les analyses en EBSD.

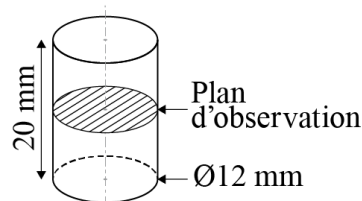
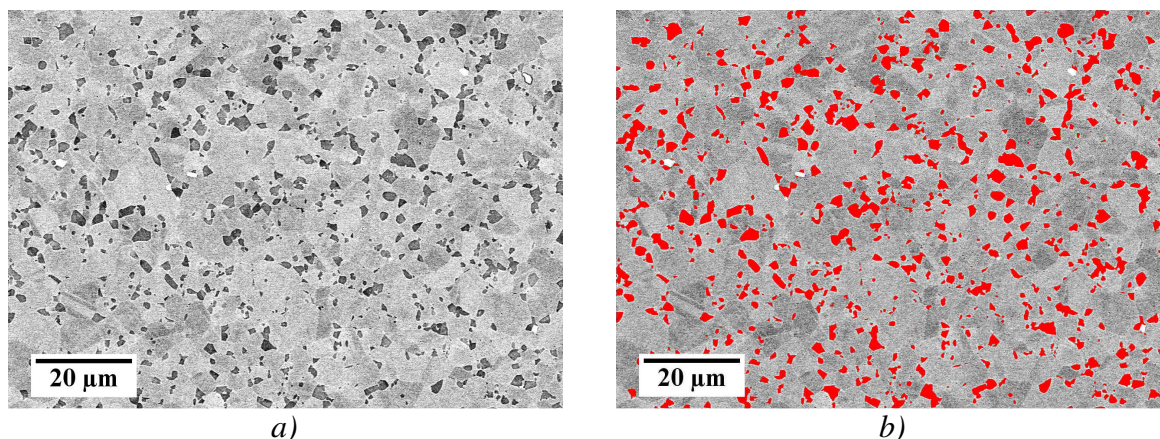


Figure 2-3 : Schéma de découpe pour l'observation des échantillons métallographiques.

### 2.3.1 Mesure de la fraction surfacique des précipités $\gamma'$ primaires

La mesure de la fraction surfacique des précipités  $\gamma'$  primaires en fonction de la température de mise en solution permet de déterminer la température de solvus de ces précipités.

Des observations ont été réalisées en microscopie à balayage électronique en électrons rétro-diffusés. Les précipités  $\gamma'$  primaires apparaissent en noir sur les micrographies (voir Figure 2-4-a) car ils sont formés d'éléments plus légers que les éléments de la matrice. La fraction surfacique des précipités  $\gamma'$  primaires a été déterminée à partir de l'analyse de ces images à l'aide du logiciel ImageJ. Cependant, la différence de contraste entre la matrice et les précipités  $\gamma'$  primaires n'est pas toujours très marquée, car les précipités  $\gamma'$  secondaires (non visible au grandissement utilisé de  $\times 1000$ ), dont la composition chimique est proche de celle des précipités  $\gamma'$  primaires, sont distribués dans la matrice. De plus, certains précipités apparaissent avec le même niveau de gris que certains grains. La procédure d'identification des précipités avec un seuil de niveau de gris n'a donc pas pu être complètement automatisée, et pour chaque image des corrections manuelles ont dû être apportées pour identifier avec précision les précipités  $\gamma'$  primaires (Figure 2-4-b).



**Figure 2-4:** a) Microstructure du N19, observée en électrons rétrodiffusés, après une mise en solution de 4 h à 1120°C suivie d'une trempe air (échantillon 20M19-1). Les précipités  $\gamma'$  primaires sont les phases sombres. b) Même image que a) après analyse d'image. Les précipités  $\gamma'$  primaires ont été colorés en rouge.

Pour chaque échantillon, et donc pour chaque traitement de mise en solution, trois micrographies d'environ 120  $\mu\text{m}$  x 80  $\mu\text{m}$ , correspondant à trois zones différentes de l'échantillon, ont été analysées. La fraction surfacique des précipités  $\gamma'$  primaires donnée pour chaque échantillon correspond à la moyenne des fractions surfaciques des trois micrographies.

### 2.3.2 Détermination de la taille de grains

La variation de la taille de grains de l'alliage N19 en fonction des conditions de mise en solution (température et temps de maintien) a été étudiée à partir de l'analyse des cartographies d'orientations cristallines des grains obtenues par EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) en MEB.

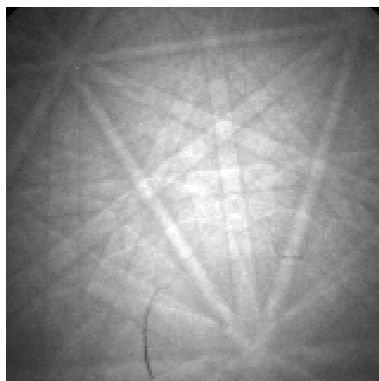
La détermination de la taille de grains est habituellement réalisée en microscopie optique, après une attaque chimique permettant de révéler les joints de grains. Dans cette étude, nous avons choisi de déterminer la taille de grains à partir de cartographies établies en EBSD, pour pouvoir suivre, avec plus de précision, l'évolution de la taille de grains lorsque la température de mise en solution est proche de la température de solvus des  $\gamma'$  primaires. Ce choix a été possible grâce aux progrès relativement récents de la technique EBSD, notamment au niveau de la rapidité d'acquisition.

Les cartographies ont été réalisées sur des échantillons polis (polissage mécanique avec une granulométrie décroissante jusqu'à 1  $\mu\text{m}$  suivi d'un polissage à l'OPS), inclinés avec un angle de 70° par rapport à la direction du faisceau d'électrons incident du MEB et positionnés à proximité d'un écran fluorescent combiné à une camera CCD. Le principe d'acquisition de ces cartographies d'orientations cristallographiques est présenté brièvement dans le paragraphe suivant, à partir des articles de Pouchou et de Baudin [POUCHOU, 2004 ; BAUDIN, 2010].

Lors de l'interaction du faisceau d'électrons incidents avec l'échantillon, une fraction de ces électrons incidents est rétrodiffusée. Ces électrons rétrodiffusent selon toutes les directions portées par des paires de cônes axés sur chacune des normales aux familles de plans réticulaires de la structure du cristal étudié. L'intersection de ces cônes de diffraction avec l'écran fluorescent forme des paires de lignes appelées lignes de Kikuchi. Ces paires de lignes délimitent des bandes dont la direction correspond à la trace de la famille de plans qui



diffracte sur le plan de projection que constitue la surface de la caméra, et constituent un diagramme de diffraction (Figure 2-5). L'inclinaison de l'échantillon à  $70^\circ$  permet d'optimiser le coefficient de rétrodiffusion des électrons et d'obtenir des bandes de Kikuchi plus nettes. La configuration des bandes des diagrammes de diffraction est caractéristique de la structure cristallographique et de l'orientation du cristal.



**Figure 2-5 : Diagramme de diffraction des électrons rétro-diffusés (bandes de Kikuchi).**

Les cartographies d'orientations ont été obtenues par balayage de l'échantillon par le faisceau d'électrons suivant une grille de points sur une zone de l'échantillon dont la taille a été définie préalablement. La distance entre ces points d'acquisition (taille du pas ou *step size*) a également été définie au préalable. La surface de la zone à cartographier, ainsi que la taille du pas, ont été choisies en fonction de la taille de grains des échantillons, de manière à avoir au moins 1000 grains dans une cartographie (description statistique convenable et nombre de grains représentatif), et au minimum 9 points d'acquisition dans un grain, tout en préservant une durée d'acquisition raisonnable pour l'ensemble de la zone cartographiée. Étant donné la variation de la taille de grains avec la température et la durée de la mise en solution, la taille des cartographies et le pas d'acquisition ont été adaptés à chaque échantillon analysé.

Après l'acquisition des diagrammes de diffraction sur une zone de l'échantillon, ces diagrammes ont été indexés pour déterminer l'orientation cristallographique correspondant à chaque cliché. L'indexation des clichés de diffraction a été réalisée automatiquement à l'aide du logiciel TSL OIM<sup>TM</sup>, et passe en particulier par l'application de la transformée de Hough qui permet de faire correspondre chaque bande de Kikuchi du diagramme d'acquisition à un point dans l'espace de Hough.

Les cartographies ont ensuite été nettoyées à l'aide du logiciel TSL OIM Analysis 6.0, afin d'éliminer les points d'acquisition dont la mesure de l'orientation était erronée. Deux étapes de nettoyage ont été utilisées :

- L'orientation des points d'acquisition, dont l'indice de confiance était inférieur à 5, a été remplacée par l'orientation du point d'acquisition présentant l'indice de confiance le plus élevé parmi les plus proches voisins (*Neighbor Confidence Index Correlation*).
- L'orientation de chacun des points n'appartenant pas un grain a été remplacée par l'orientation des points qui lui sont adjacents, et dont la majorité appartient à un même grain (*Grain Dilation*). Lors de cette étape de nettoyage, un grain a été défini comme un ensemble de points d'acquisition adjacents d'orientation similaire contenant au minimum 9 points (*minimum grain size*), et dont la désorientation angulaire (*grain tolerance angle*) des points par rapport aux autres points était inférieure à  $10^\circ$ .

L'alliage N19 présente un grand nombre de parois de macles, comme le montre la cartographie de la Figure 2-6.

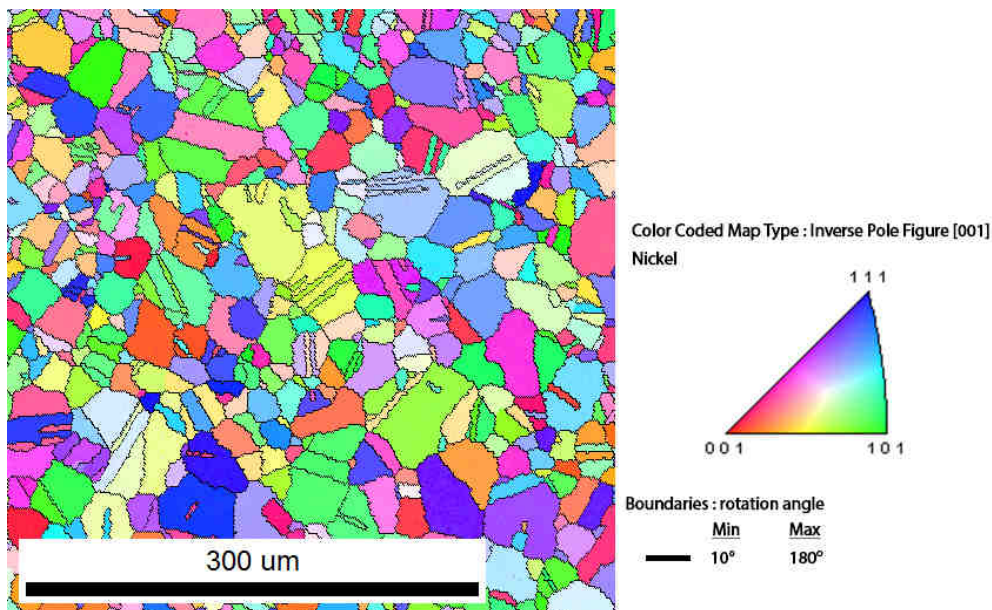
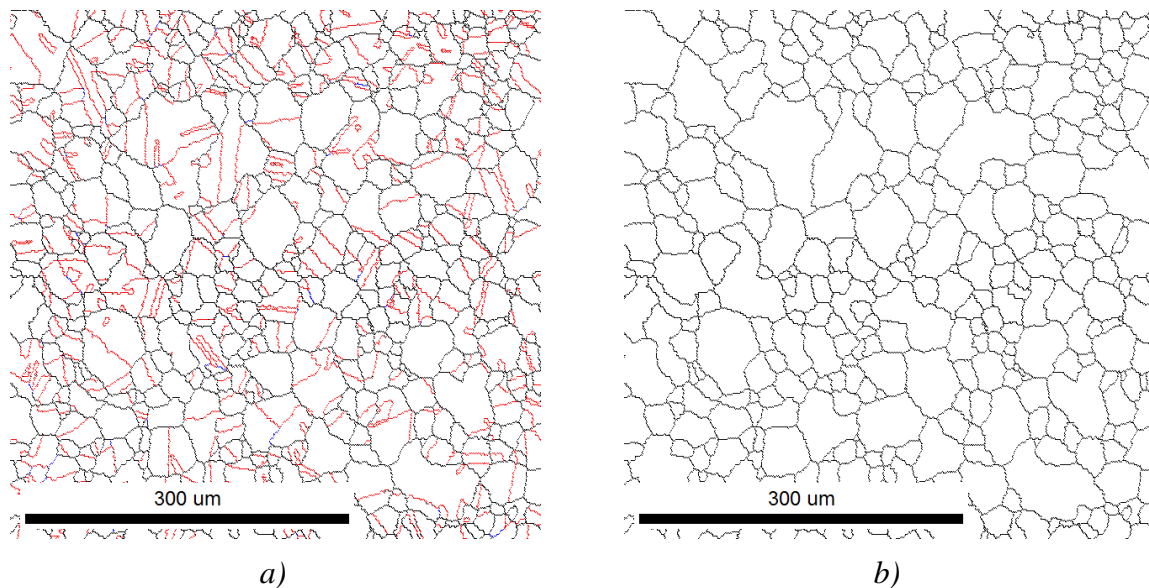


Figure 2-6 : Cartographie d'orientations en figure de pôle inverse (IPF) d'un échantillon en alliage N19 après traitement de mise en solution à 1180°C pendant 4 h suivi d'une trempe air (échantillon 20M17-3).



- Joints de grains
- Parois de macles :
- Indice de coïncidence  $\Sigma_3$
- Indice de coïncidence  $\Sigma_9$

Figure 2-7 : a) Cartographie des joints de grains et des parois de macles d'un échantillon traité à 1170°C pendant 2 h suivi d'un refroidissement à l'air (échantillon 20M18-1). b) La même cartographie après exclusion des parois de macles.

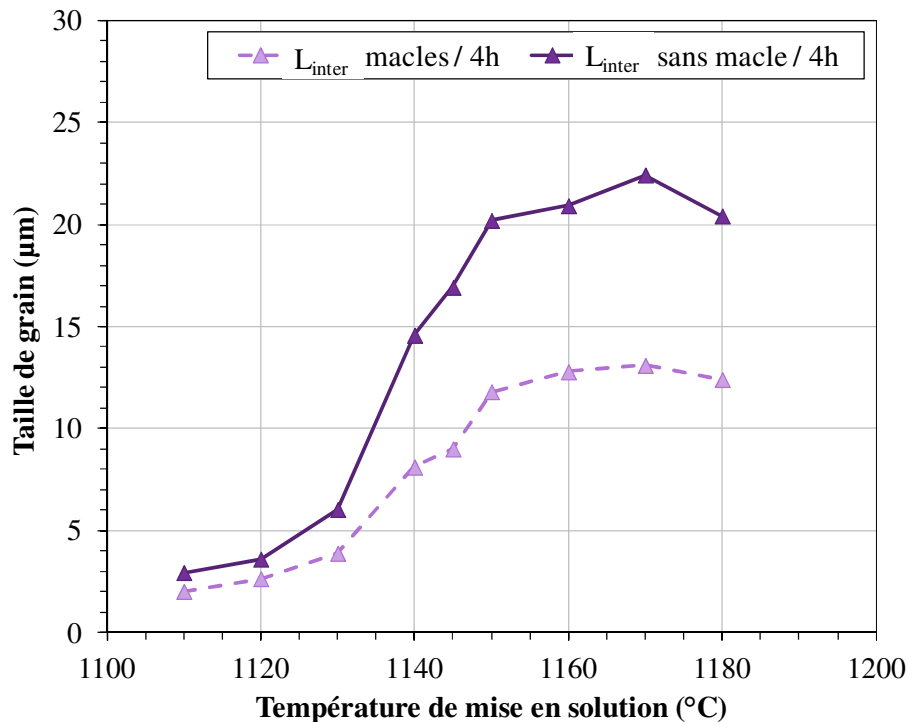


Le logiciel d'analyse des cartographies EBSD permet de ne pas considérer les parois de macles comme des joints de grains (voir Figure 2-7).

Deux tailles de grains ont été mesurées :

- une taille de grains qui inclut les parois de macles dans la définition des joints de grains ;
- une taille de grains qui exclut ces parois.

La taille de grains moyenne mesurée à partir des données incluant les parois de macles est évidemment plus faible comme on peut le constater sur la Figure 2-8.



**Figure 2-8 : Comparaison des tailles de grains moyennes (longueur de segment intercepté) mesurées en considérant les parois de macles comme des joints de grains (pointillés) et en excluant les parois de macles (trait plein).**

Il existe plusieurs méthodes de mesure de la taille de grains. Deux méthodes, directement applicables aux cartographies obtenues en EBSD, ont été retenues : la méthode des intercepts et le diamètre équivalent.

- Méthode des intercepts

La taille de grains a été mesurée en appliquant la méthode des intersections aux cartographies obtenues. Cette méthode consiste à compter le nombre de grains interceptés par une ou plusieurs lignes de mesure [ASTM E112-88].

La longueur moyenne du segment intercepté  $l_m$  est calculée de la façon suivante :

$$l_m = \frac{\sum_{i=1}^{i=N+1} l_i}{N}$$

avec  $N$  le nombre de segments interceptés, c'est-à-dire le nombre de segments correspondant chacun à la traversée d'un grain (les grains qui sont situés aux extrémités de la ligne de mesure comptent pour ½), et  $l_i$  la longueur d'un segment intercepté.

- Diamètre équivalent

Cette méthode consiste à assimiler chaque grain à un cercle, et à attribuer à chaque grain un diamètre équivalent  $D_{eq}$  calculé à partir de l'aire  $A$  du grain considéré selon l'équation :

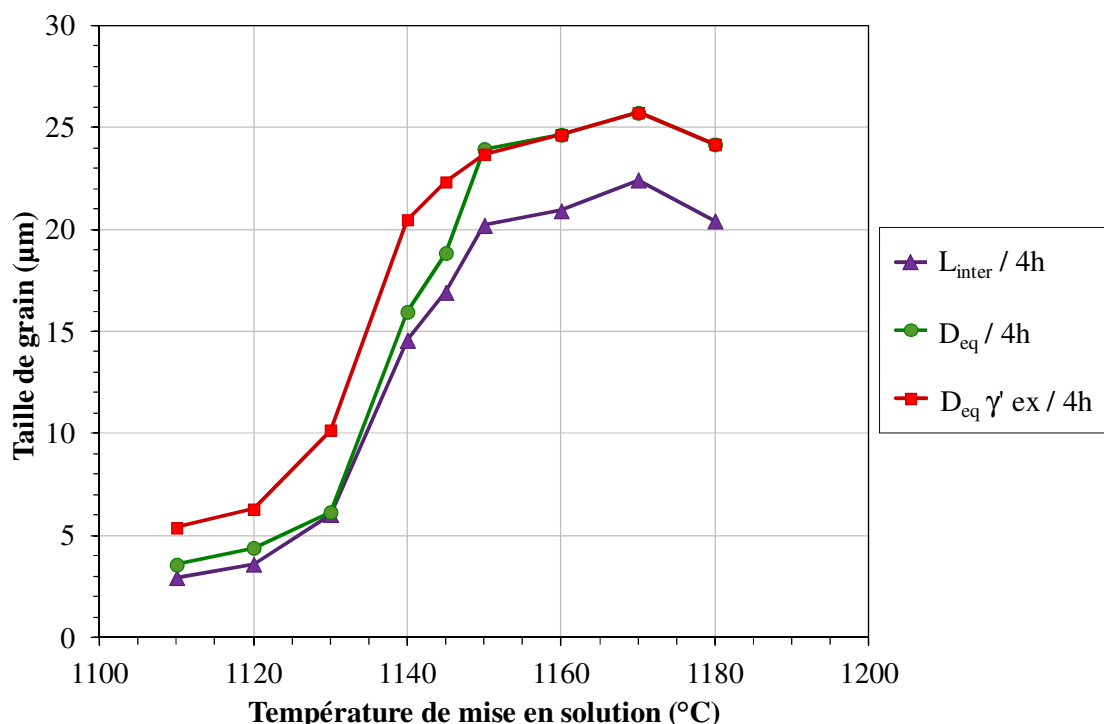
$$D_{eq} = 2\sqrt{A/\pi}$$

Ces deux méthodes donnent des tailles de grains moyennes différentes, et plus particulièrement lorsque la taille de grains moyenne est grande, comme dans le cas des échantillons traités à une température de mise en solution supersolvus (voir les courbes du graphique de la Figure 2-9).

Cependant, lorsque la température de mise en solution est inférieure à la température de solvus des  $\gamma'$  primaires (traitement subsolvus), la présence des précipités  $\gamma'$  primaires introduit une erreur dans la mesure de la taille de grains. En effet, il n'est pas possible de distinguer les précipités  $\gamma'$  primaires des grains de la matrice  $\gamma$  sur les cartographies d'orientation obtenues par EBSD : le système d'analyse EBSD n'est pas capable de faire la distinction entre les clichés produits par les précipités  $\gamma'$  primaires et les clichés produits par la matrice  $\gamma$  riche en précipités  $\gamma'$  secondaires. Les précipités  $\gamma'$  primaires sont donc comptabilisés comme des petits grains, leur taille étant proche de celle des sections de grain les plus petites (quelques micromètres). Afin de faire la distinction entre les petits grains de matrice  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$  primaires, il est possible de coupler l'analyse EBSD à une analyse chimique par EDX. Cependant, la mise au point de ce couplage réclame une optimisation relativement longue et difficile qui n'a pas encore été réalisée sur les microscopes électroniques à balayage utilisés dans cette étude. De plus, il faudrait que la composition chimique des précipités  $\gamma'$  primaires soit suffisamment différente de celle des précipités  $\gamma'$  secondaires contenus dans les grains de matrice  $\gamma$ .

Afin de minimiser l'erreur dans la mesure de la taille de grains des échantillons traités subsolvus, les précipités  $\gamma'$  primaires ont été exclus de la mesure de la taille de grains en partant de l'hypothèse que les plus petits grains de la cartographie étaient des  $\gamma'$  primaires. Pour cela, nous avons calculé la surface occupée par ces précipités sur la cartographie EBSD à partir des mesures des fractions surfaciques des précipités  $\gamma'$  primaires réalisées en MEB-BSE sur ces mêmes échantillons. Puis nous avons éliminé les plus petits grains jusqu'à ce que la somme de leur surface soit égale à la surface occupée par les précipités  $\gamma'$  primaires.

Cette méthode permettant d'exclure les précipités  $\gamma'$  primaires n'a pu être appliquée qu'à la mesure de taille de grains par diamètre équivalent. La courbe montrant la variation du diamètre équivalent moyen en excluant les  $\gamma'$  primaires en fonction de la température de mise en solution (avec un temps de maintien de 4 h) est comparée avec celle n'excluant pas les  $\gamma'$  primaires sur la Figure 2-9. On constate logiquement que le diamètre équivalent moyen des échantillons traités subsolvus est plus grand lorsqu'on exclut les précipités  $\gamma'$  primaires.



**Figure 2-9 : Comparaison des tailles de grains moyennes en fonction de la méthode de mesure : longueur de segment intercepté (triangles violets), diamètre équivalent (ronds verts) et diamètre équivalent en excluant les précipités  $\gamma'$  primaires (carrés rouges).**

Dans la suite du manuscrit, les tailles de grains seront calculées selon la méthode donnant le diamètre équivalent en excluant les précipités  $\gamma'$  primaires.

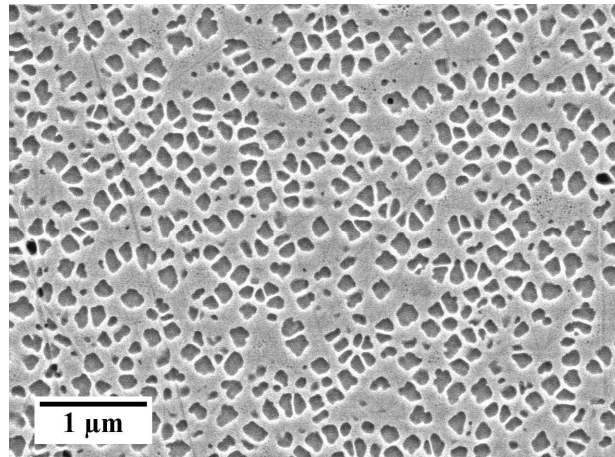
### 2.3.3 Analyse des précipités $\gamma'$ secondaires et tertiaires

Deux techniques ont été utilisées pour caractériser les précipités  $\gamma'$  :

- la microscopie électronique à balayage pour l'observation des précipités  $\gamma'$  secondaires ;
- la microscopie électronique en transmission pour l'observation des précipités  $\gamma'$  secondaires et tertiaires.

#### 2.3.3.1 Microscopie Électronique à Balayage

Avant observation en microscopie électronique à balayage, les échantillons ont été polis mécaniquement, jusqu'à une granulométrie de la poudre de diamant de polissage de 1  $\mu\text{m}$ , puis attaqués pendant environ 1 minute avec le réactif « glycérégia » qui est un mélange d'acide chlorhydrique (3/6), d'acide nitrique (1/6) et de glycérol (2/6). Ce réactif dissout préférentiellement les précipités  $\gamma'$ . La surface de l'échantillon est donc creusée à l'endroit où se trouvaient les précipités  $\gamma'$  (voir Figure 2-10).



**Figure 2-10 :** Microstructure du N19, observée en électrons secondaires, après une mise en solution supersolvus à 1180°C pendant 2 h suivie d'un refroidissement à 200°C/min après polissage et attaque glycéregia (échantillon 22M07-1).

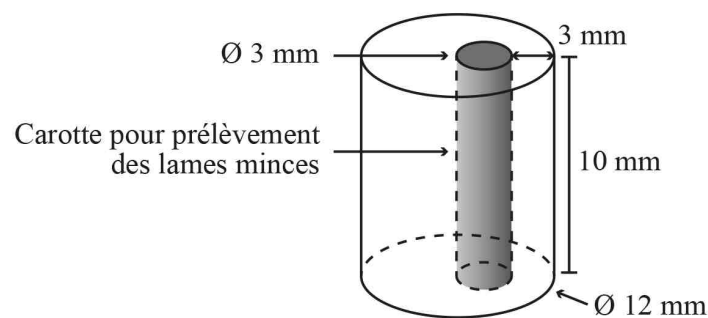
### 2.3.3.2 Microscopie Électronique en Transmission

Du fait de leurs faibles dimensions (de l'ordre de 50 nm de diamètre maximum), la caractérisation des précipités  $\gamma'$  tertiaires a été effectuée en microscopie électronique en transmission. De plus, pour pouvoir observer ces précipités en microscopie électronique à balayage, il est nécessaire de faire une attaque (voir § 2.3.3.1), ce qui peut altérer leur observation à cette échelle.

Les observations ont été réalisées sur des lames amincies électrolytiquement, prélevées dans des carottes provenant des échantillons métallographiques.

#### 2.3.3.2.1 Préparation des lames minces

Tout d'abord, des carottes de 3 mm de diamètre ont été prélevées par électro-érosion dans les échantillons métallographiques ou dans les chutes d'ébauches après traitement thermique (voir Figure 2-11).



**Figure 2-11 :** Prélèvement des carottes dans les échantillons métallographiques pour la préparation des lames minces.

Chaque carotte est ensuite tronçonnée en plusieurs lames de 200 µm à 250 µm d'épaisseur à l'aide d'une micro-tronçonneuse. Puis les lames sont polies manuellement à l'aide de papiers abrasifs SiC, de granulométrie P1200, jusqu'à atteindre une épaisseur de lame comprise entre 120 µm et 130 µm.

Pour terminer, les lames sont amincies par polissage électrolytique dans une solution composée de 10 % d'acide perchlorique, de 45 % de 2-butoxyéthanol et de 45 % d'acide

acétique, à une température de  $-5^{\circ}\text{C}$ , avec une tension de 30 V et un courant d'environ 10 mA.

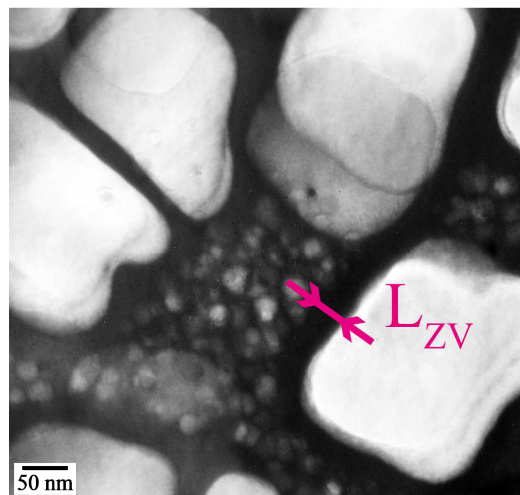
### 2.3.3.2.2 Observations des lames minces au MET

Les observations des lames minces ont été réalisées sur un microscope électronique à transmission (FEI Tecnai 30T) avec une tension d'accélération de 300 keV.

Les images en champ sombre des précipités  $\gamma'$  secondaires et tertiaires ont été obtenues à partir des électrons diffractés sur  $g = 300 \gamma'$ . Les images présentées ont été prises dans des grains dont une direction  $\langle 100 \rangle$  était très proche de la perpendiculaire au plan de la lame mince observée. De ce fait, deux autres directions  $\langle 100 \rangle$  sont contenues dans le plan de l'image et correspondent à deux arêtes des  $\gamma'$  secondaires de morphologie cubique.

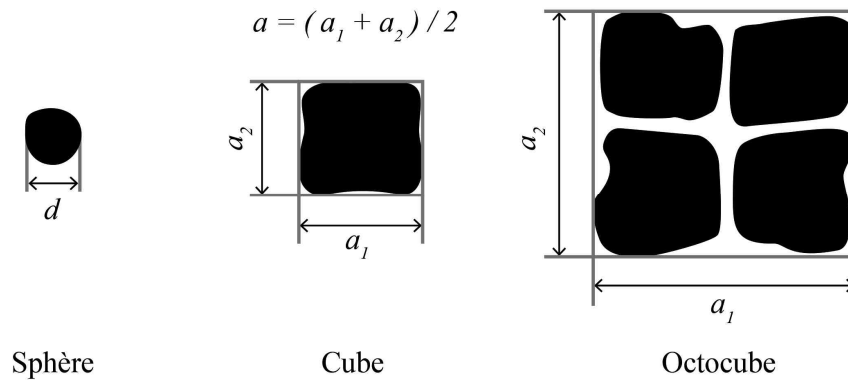
À partir des micrographies réalisées en champ sombre, des mesures ont été effectuées pour déterminer :

- la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires ;
- le diamètre des  $\gamma'$  tertiaires ;
- la largeur des couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires ;
- la largeur des zones vides de précipités ( $L_{ZV}$ ) entre le bord des précipités  $\gamma'$  secondaires et le bord des zones de précipités  $\gamma'$  tertiaires (*cf.* Figure 2-12).



**Figure 2-12 :** Mesure de la largeur d'une zone vide de précipités ( $L_{ZV}$ ) entre le bord d'un précipité  $\gamma'$  secondaires et le bord d'une zone de précipités  $\gamma'$  tertiaires. Observation en MET en champ sombre après une mise en solution supersolus à  $1180^{\circ}\text{C}/2\text{h}$  suivie d'un refroidissement à  $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et d'un revenu à  $800^{\circ}\text{C} / 8 \text{ h}$  (*chute d'ébauche 29EDM24*).

Dans cette étude, la méthode pour mesurer la taille des précipités  $\gamma'$  a été adaptée en fonction de la morphologie des  $\gamma'$  (voir Figure 2-13). Lorsque les précipités  $\gamma'$  secondaires sont de forme cubique, la taille donnée pour ces précipités correspond à la moyenne de la longueur des arêtes du cube selon les deux directions  $\langle 100 \rangle$ . Lorsque les précipités  $\gamma'$  secondaires ont une forme d'octocube, la taille indiquée correspond à la moyenne de la longueur des arêtes du rectangle dans lequel l'octocube est inscrit. Lorsque les précipités  $\gamma'$  sont sphériques (précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération dans le cas des microstructures issues des traitements thermiques avec un refroidissement double-pente et précipités  $\gamma'$  tertiaires), la taille indiquée correspond au diamètre.



**Figure 2-13 : Mesure de la taille des précipités en fonction de leur morphologie.**

Les micrographies MET ne permettent pas d'automatiser la mesure des précipités. La mesure des précipités a donc été réalisée manuellement. Pour chaque échantillon, plusieurs clichés ont été réalisés à différents grossissements. À partir de ces clichés, nous avons recherché les précipités les plus petits, les plus gros, et ceux qui nous paraissaient les plus représentatifs, et nous avons mesuré leur taille. De ce fait, trois mesures sont données : une valeur minimale, une valeur maximale et une valeur représentative.

Les précipités  $\gamma'$  tertiaires forment des amas où les particules ne se différencient pas particulièrement bien, surtout pour les échantillons traités avec des températures de revenu basses. Il est donc difficile de donner une valeur minimale et une valeur moyenne pour ces précipités. Seul un diamètre maximal a été donné pour les précipités  $\gamma'$  tertiaires.

Les tailles données sont donc le résultat d'une mesure sur quelques précipités, et ne proviennent pas d'une analyse systématique et statistique sur un grand nombre de précipités.

La largeur des couloirs de la matrice est mesurée directement sur l'image MET. De même que pour les précipités  $\gamma'$  secondaires, les couloirs entre précipités  $\gamma'$  secondaires les plus représentatifs sont repérés visuellement.



---

# Chapitre 3 - Influence des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure du N19

---

## Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>État microstructural brut de forgeage .....</b>	<b>56</b>
<b>3.2</b>	<b>Influence des conditions de mise en solution .....</b>	<b>58</b>
3.2.1	Fraction surfacique des $\gamma$ primaires .....	59
3.2.2	Variation de la taille de grains.....	62
<b>3.3</b>	<b>Influence des conditions de refroidissement .....</b>	<b>64</b>
3.3.1	Refroidissements linéaires .....	65
3.3.2	Refroidissement double-pente.....	75
3.3.3	Traitements avec palier.....	82
<b>3.4</b>	<b>Influence du traitement de revenu.....</b>	<b>98</b>
3.4.1	Après un refroidissement à 100°C/min .....	100
3.4.2	Après un refroidissement double-pente .....	105
<b>3.5</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>108</b>

---



L'objectif de cette étude est d'optimiser la microstructure de l'alliage N19 en jouant sur les paramètres de traitements thermiques pour améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage. En effet, les propriétés mécaniques d'un alliage résultent en grande partie des caractéristiques microstructurales, qui elles-mêmes sont conditionnées par les paramètres de traitements thermiques. Le traitement thermique final des superalliages base nickel se compose généralement de trois étapes (*cf.* Chapitre 1, § 1.4.2) :

- la première étape est une mise en solution, soit partielle, soit totale, à haute température qui permet d'homogénéiser la microstructure après forgeage ;
- la seconde étape consiste en un refroidissement rapide, également appelé trempe, depuis la température de mise en solution ;
- la dernière étape est un revenu à une température supérieure à la température maximale atteinte en service.

Il est donc nécessaire, dans un premier temps, de bien appréhender l'effet des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure de l'alliage N19, depuis l'étape de mise en solution jusqu'au traitement de revenu. Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'effet des paramètres suivants :

- la température de mise en solution ;
- les conditions de refroidissement ;
- la température et le temps de revenu.

Dans ce chapitre, nous étudions les effets de ces paramètres de traitements thermiques sur la taille de grains, et sur la distribution des précipités  $\gamma'$  : primaires, secondaires et tertiaires. La distribution des précipités  $\gamma'$  secondaires et des  $\gamma'$  tertiaires est caractérisée par la taille, la morphologie et la fraction volumique de ces précipités, ainsi que par la distance entre ces précipités.

### 3.1 État microstructural brut de forgeage

Au cours de son élaboration, l'alliage a été porté en température à plusieurs reprises, et a subi des traitements thermomécaniques (application d'une déformation à haute température) lors des étapes de compaction isostatique à chaud, de filage et de forgeage. Afin de pouvoir suivre l'évolution de la microstructure au cours des différentes étapes du traitement thermique, la microstructure a été observée à l'état brut de forgeage.

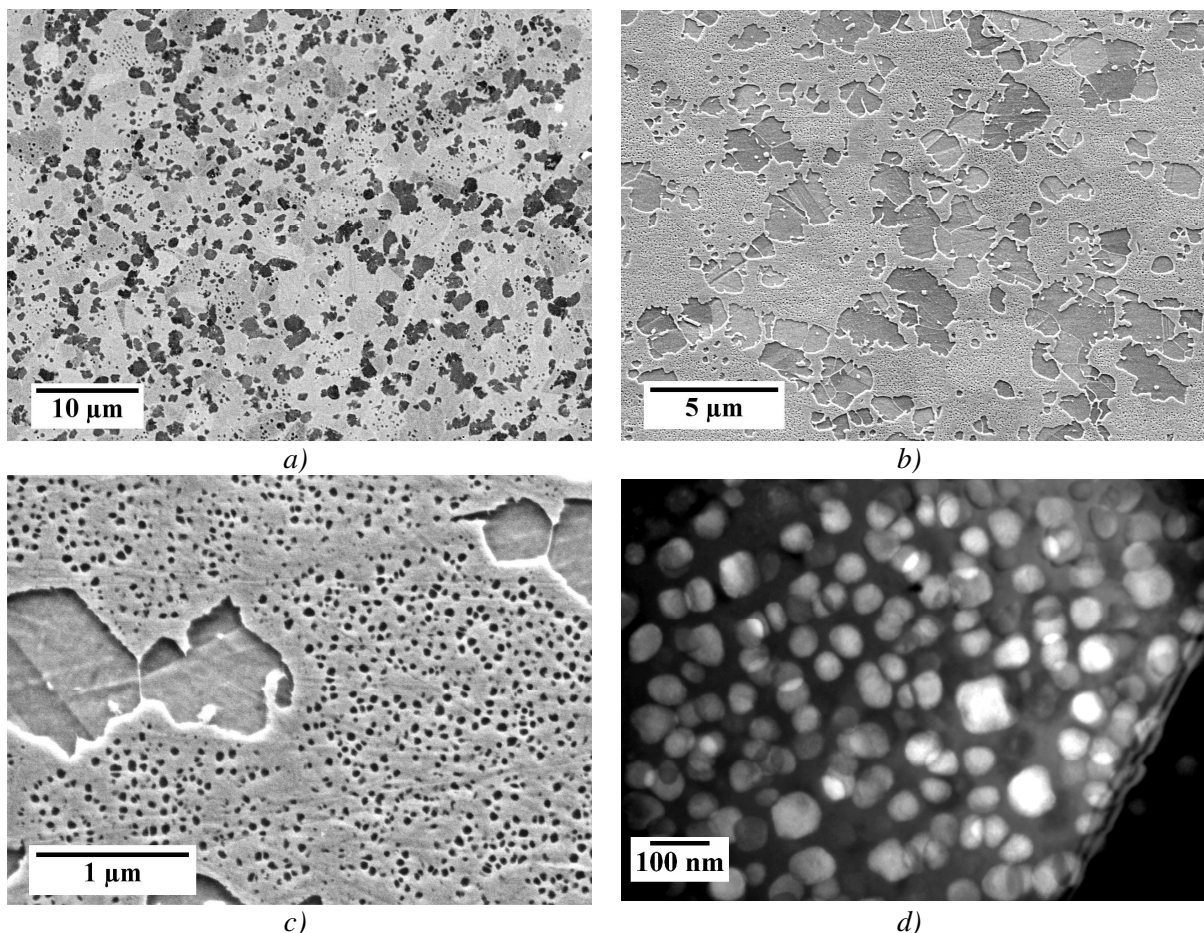
Les observations ont été réalisées sur un échantillon prélevé dans l'un des dix galets forgés (*galet N19-C8178-A / 22M*). Il s'agit de l'un des deux galets destinés au prélèvement des échantillons de métallographies nécessaires à l'étude des paramètres de traitements thermiques (*galets N19-C8178-B / 20M, et N19-C8178-A / 22M*).

La microstructure observée est spécifique de la zone du galet où l'échantillon a été prélevé. En effet, les vitesses de refroidissement depuis la température de forgeage varient en fonction de la localisation dans le galet (les vitesses sont plus élevées en surface du galet qu'au cœur du galet), ce qui entraîne une variation de la microstructure. Cependant, nous avons pris soin de prélever l'échantillon pour l'observation de la microstructure brute de forgeage à la même distance du centre du galet que les échantillons métallographiques utilisés, par la suite, pour l'étude des différents paramètres de traitements thermiques (*cf.* Annexe A1).

Les observations réalisées en microscopie électronique à balayage et en transmission, présentées Figure 3-1, montrent que la microstructure après forgeage comporte deux populations de précipités  $\gamma'$  :

- des gros précipités présentant une taille comprise entre 0.2  $\mu\text{m}$  et 3  $\mu\text{m}$ , et qui occupent une fraction surfacique de 25.3 % (en noir sur la Figure 3-1-a). Comme le montre la micrographie de la Figure 3-1-b), on distingue parmi ces précipités, de très gros précipités d'une taille comprise entre 1  $\mu\text{m}$  et 3  $\mu\text{m}$  majoritairement localisés aux joints de grains, et des gros précipités d'une taille comprise entre 0.2  $\mu\text{m}$  et 0.8  $\mu\text{m}$  qui se trouvent principalement en intragranulaire.
- des précipités beaucoup plus fins présentant une taille comprise entre 30 nm et 80 nm (Figure 3-1-c et d).

Les gros précipités sont appelés  $\gamma'$  primaires. Ils se sont sans doute formés au cours de l'élaboration de l'alliage, lors de la dernière étape de solidification, c'est-à-dire pendant la pulvérisation par atomisation argon (*cf.* Chapitre 1 § 1.2.2 et Chapitre 2 § 2.1). Ils n'ont pas été remis en solution au cours des opérations de compaction isostatique à chaud, de filage et de forgeage, car ces opérations ont été réalisées à une température inférieure à la température de solvus de ces précipités  $\gamma'$  primaires, mais leur taille a probablement évolué pendant ces opérations. Quant aux petits précipités, ils se sont probablement formés lors de la trempe qui a suivi le forgeage.



**Figure 3-1 : Observations de la microstructure de l'alliage N19 brute de forgeage (échantillon 22M07-3) : a) en MEB, électrons rétro-diffusés, b) et c) en MEB, électrons secondaires, d) en MET, champ sombre.**

### 3.2 Influence des conditions de mise en solution

La première étape du traitement thermique consiste à homogénéiser la microstructure, en portant l'alliage à une température supérieure à la température de forgeage. La température de mise en solution peut être inférieure ou supérieure à la température de solvus des gros précipités  $\gamma'$  primaires observés après forgeage :

- lorsque la température est inférieure à la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires, une fraction seulement de ces précipités est remise en solution : la mise en solution est partielle. Il s'agit d'une mise en solution **subsolvus** ;
- lorsque cette température est supérieure à la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires, la mise en solution est totale. Il s'agit d'une mise en solution **supersolvus**.

Plusieurs températures de mise en solution, comprises entre 1110°C et 1180°C, ont été appliquées. Ces températures ont été choisies en-dessous et au-dessus de la température de solvus des  $\gamma'$  primaires. Cette température de solvus avait été évaluée à 1145°C, par analyse thermique différentielle et par examen métallographique au cours de l'étude précédente qui a permis de mettre au point la composition chimique de l'alliage N19 (anciennement appelé l'alliage SMO43) [GUÉDOU, 2008].

La température de solvus peut être également estimée à l'aide de formules faisant intervenir la composition chimique de l'alliage. Ces formules ont été déterminées à partir de la composition de plusieurs superalliages dont la température de solvus était connue. En appliquant la formule proposée par Paintendre [PAINTENDRE, 1986] à l'alliage N19, la température de solvus est estimée à 1144°C.

$$T_{\text{solvus}} = 1005 - 2.5\text{Co} - 5.3\text{Cr} + 9\text{Mo} + 14\text{W} + 13.3\text{Al} + 26.1\text{Ti} + 12.7\text{Nb}$$

Des temps de maintien de 4 h à la température de mise en solution ont été appliqués dans le cas des mises en solution subsolvus car les températures sont relativement basses. Dans le cas des mises en solution supersolvus, des temps de maintien de 2 h et de 4 h ont été appliqués afin de déterminer si le temps de maintien a un effet sur la croissance des grains. Le détail des temps de maintien et des températures utilisés dans cette étude est donné dans le Tableau 3-1. Ces traitements de mise en solution ont été réalisés dans un four à résistance et ont été suivis d'un refroidissement à l'air (voir Chapitre 2, § 2.2).

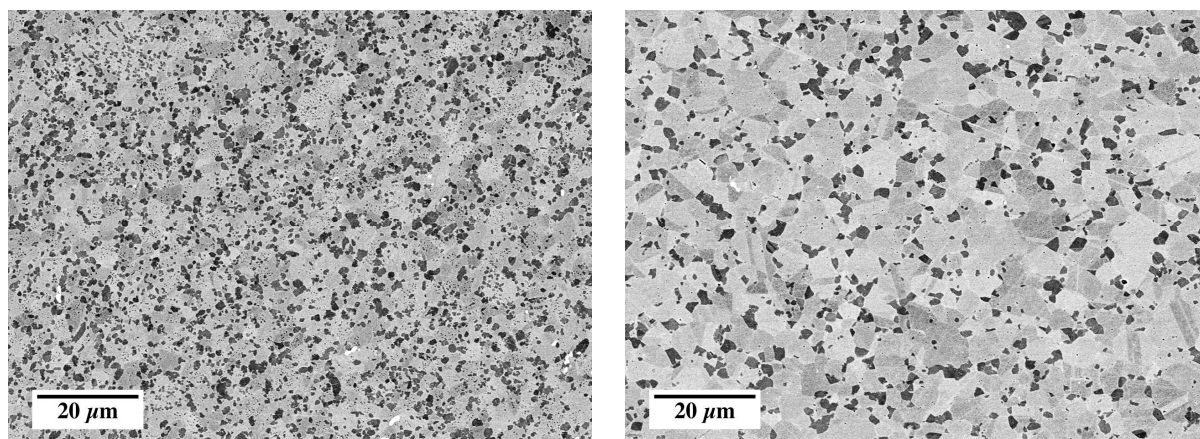
Température (°C)	Écart avec la température de solvus estimée (°C)	Temps de maintien (h)	
1110	-35	-	4
1120	-25	-	4
1130	-15	-	4
1140	-5	-	4
1145	0	2	4
1150	5	2	4
1160	15	2	4
1170	25	2	4
1180	35	2	4

Tableau 3-1 : Conditions de mise en solution étudiées.

L'étude de l'influence des conditions de mise en solution sur la microstructure du N19 a permis de caractériser, d'une part, la variation de la taille de grains en fonction de la température de mise en solution, et d'autre part, la variation de la fraction surfacique des précipités  $\gamma'$  primaires. Ces deux informations permettent de déterminer la température de solvus de l'alliage, qui est une caractéristique essentielle pour la définition des gammes de traitements thermiques.

### 3.2.1 Fraction surfacique des $\gamma'$ primaires

Après une mise en solution subsolvus à 1110°C pendant 4 h, la fraction surfacique de précipités  $\gamma'$  primaires (en noir sur les micrographies de la Figure 3-2) a diminué par rapport à la fraction surfacique mesurée pour la microstructure brute de forgeage, et est passée de 25.3 % à 14.6 %.



a) Microstructure brute de forgeage

b) Après 1110°C/4h

**Figure 3-2 : Comparaison de la distribution des  $\gamma'$  primaires entre la microstructure brute de forgeage (échantillon 22M07-3) et la microstructure après une mise en solution subsolvus à 1110°C pendant 4 h (échantillon 20M14-2). Observations en MEB, électrons rétro-diffusés.**

L'observation des microstructures, en microscopie électronique à balayage (voir Figure 3-3), confirme que la fraction surfacique de précipités  $\gamma'$  primaires diminue lorsque la température de mise en solution augmente. Pour une même température de mise en solution, cette fraction diminue très légèrement lorsque le temps de maintien augmente de 2 h à 4 h.

La valeur de la fraction surfacique de précipités  $\gamma'$  primaires a été mesurée à partir de ces micrographies (*cf.* Chapitre 2 § 2.3.1), et est représentée en fonction de la température et du temps de mise en solution sur la Figure 3-4.

Après une mise en solution à 1150°C pendant 2 h, il subsiste quelques rares précipités  $\gamma'$  primaires. Par contre, après 4 h de mise en solution à 1150°C, tous les précipités  $\gamma'$  primaires ont été remis en solution. La température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires dans l'alliage N19 est donc comprise entre 1145°C et 1150°C, pour des traitements de mise en solution de 2 h et 4 h.

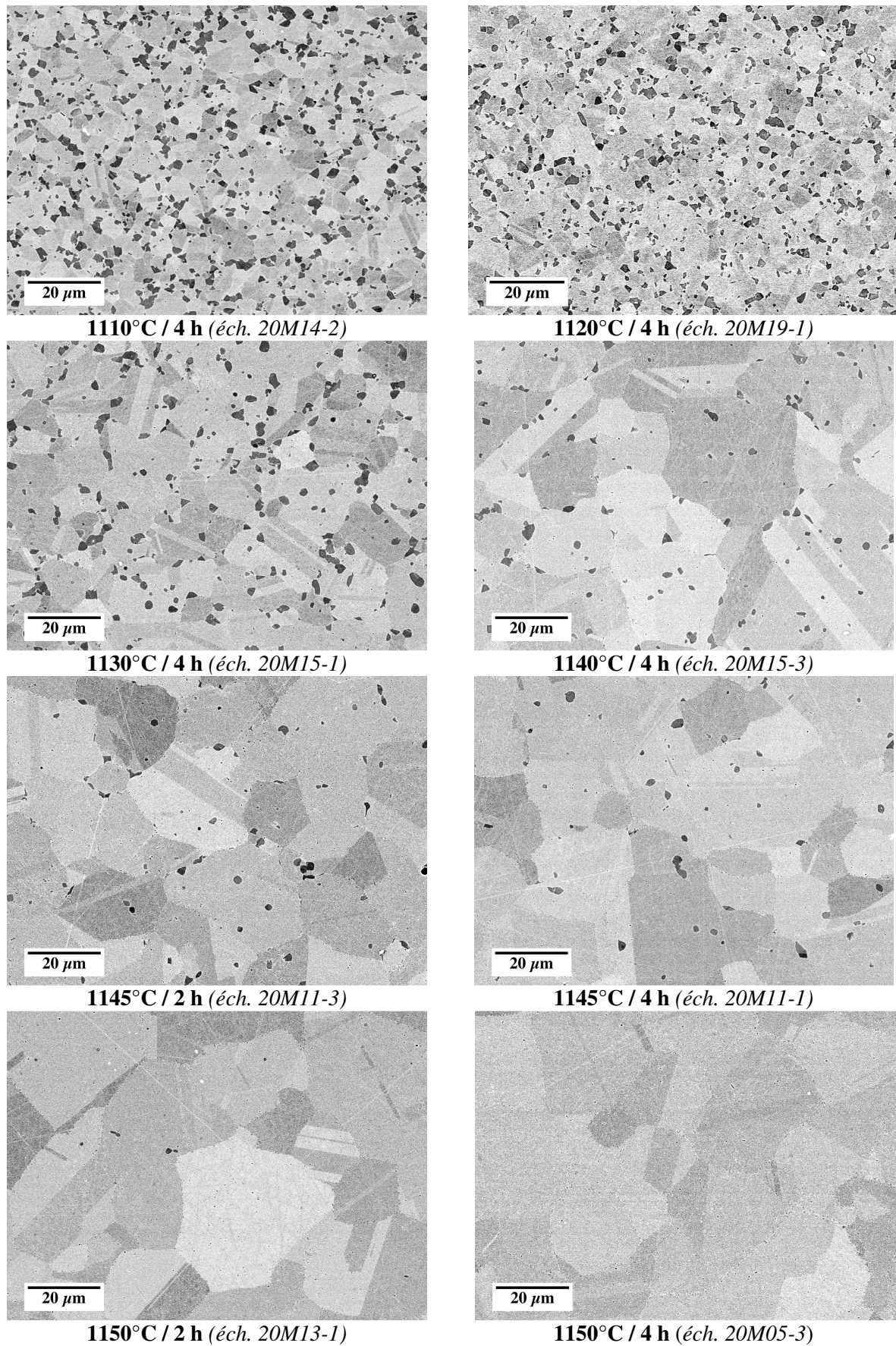


Figure 3-3 : Influence des conditions de mise en solution sur la fraction surfacique de précipités  $\gamma'$  primaires de l'alliage N19 (observations en MEB, électrons rétro-diffusés).

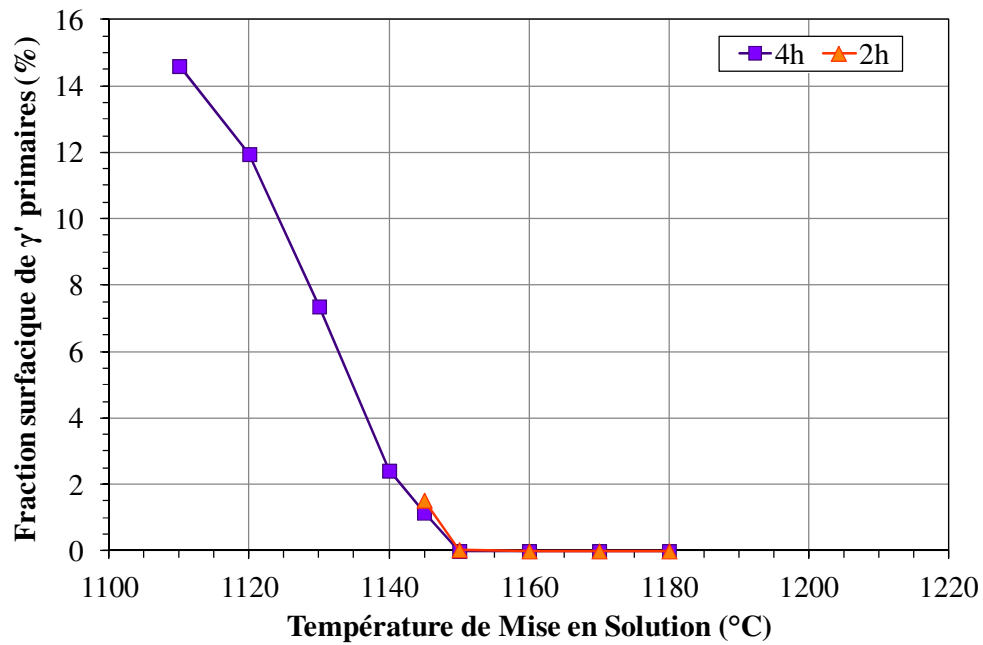


Figure 3-4 : Variation de la fraction surfacique de précipités  $\gamma'$  primaires en fonction de la température et du temps de mise en solution.

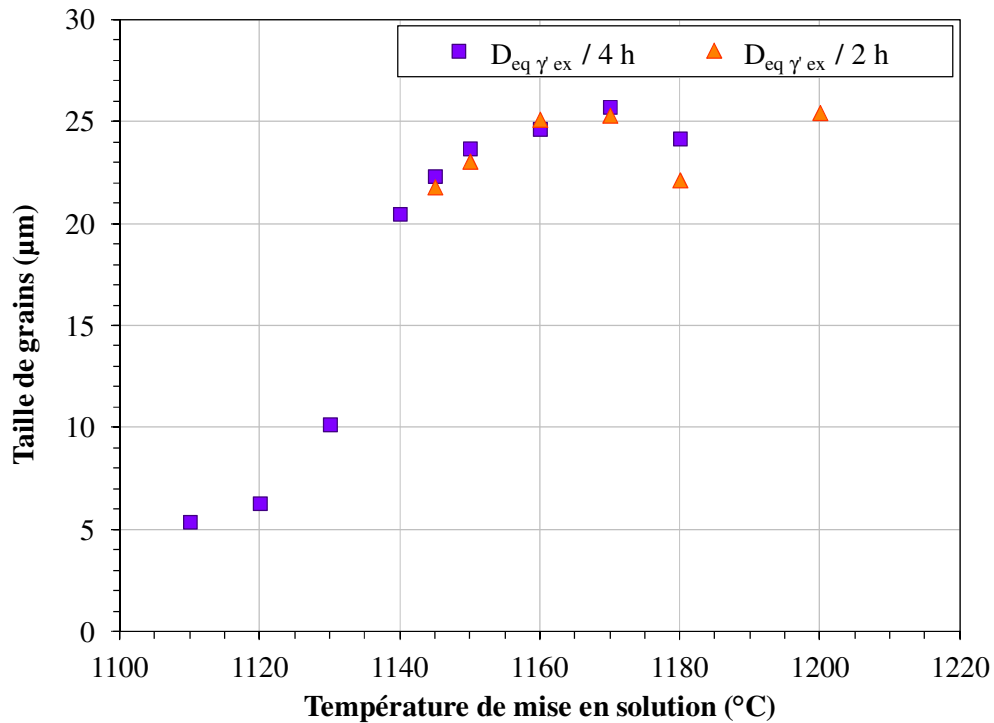


Figure 3-5 : Variation de la taille de grains (diamètre équivalent moyen) en fonction de la température et du temps de mise en solution.



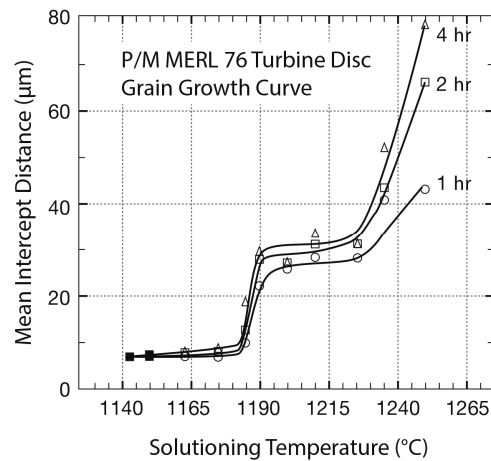
### 3.2.2 Variation de la taille de grains

Les observations en microscopie électronique à balayage (Figure 3-3) montrent que la taille de grains augmente avec la température de mise en solution. Des mesures de taille de grains ont été effectuées à partir de cartographies réalisées en EBSD (*cf.* Chapitre 2 § 2.3.2). La taille donnée correspond au diamètre équivalent moyen mesuré en excluant les  $\gamma'$  primaires le cas échéant. La courbe de la Figure 3-5 représente la variation de la taille de grains en fonction des conditions de mise en solution. Ce graphique met en évidence un effet significatif de la température de mise en solution sur la taille de grains. Par contre, il y a peu de différence de taille de grains entre une mise en solution de 2 h et une mise en solution de 4 h effectuée à la même température.

La plus petite taille de grains a été mesurée après le traitement à 1110°C / 4 h et vaut 5  $\mu\text{m}$ . La taille de grains augmente légèrement avec la température de mise en solution jusqu'à 1120°C. Puis entre 1130°C et 1140°C, la taille de grains augmente rapidement jusqu'à une taille de 20  $\mu\text{m}$ . Au-delà de 1140°C, la taille de grains augmente légèrement, puis tend à se stabiliser vers 1160°C. La taille de grains maximale atteinte est d'environ 25  $\mu\text{m}$ . Même après une mise en solution de 2 h à 1200°C, la taille de grains mesurée est toujours d'environ 25  $\mu\text{m}$ . On remarquera que la taille de grains de l'échantillon traité à 1180°C pendant 2 h est un peu faible. Celle-ci est probablement liée à une erreur, soit au cours du traitement thermique, soit lors de la mesure de la taille de grains par EBSD : la nature de cette erreur n'a pas pu être déterminée. Cependant, l'écart entre la taille de grains de l'échantillon traité à 1180°C / 2 h (22  $\mu\text{m}$ ) et celles des échantillons traités à 1170°C pendant 2 h et 4 h, à 1180°C / 4 h et à 1200°C / 2 h (environ 25  $\mu\text{m}$ ) reste tolérable (moins d'un indice ASTM).

L'augmentation de la taille de grains n'est pas constante avec la température de mise en solution. La courbe présente un point d'inflexion vers 1140°C, à une température légèrement en-deçà de la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires qui est comprise entre 1145°C et 1150°C. Il semble donc que, tant qu'il reste une fraction suffisante de précipités  $\gamma'$  primaires, ces précipités limitent la croissance des grains en ancrant les joints de grains. Ces résultats sont en accord avec ceux présentés dans la littérature, concernant les alliages N18 [DUCROCQ, 1988], NR3 [LOCQ, 2000], Udimet720LI [JACKSON, 1999], MERL 76 [CHANG, 1996], du ME3 (René104) et de l'Alloy 10 [GABB, 2003] par exemple.

La raison pour laquelle la taille de grains n'augmente plus lorsque la remise en solution est totale (mise en solution supersolvus) est moins évidente. Chang *et al.* ont observé un plateau dans la courbe représentant l'évolution de la taille de grains en fonction de la température de mise en solution dans l'alliage MERL76 (voir Figure 3-6), pour des températures comprises entre 1190°C et 1235°C [CHANG, 1996]. Cependant, au-delà de 1235°C, la taille de grains recommence à croître. Ils ont supposé que cette seconde augmentation de la taille de grains était liée à la mise en solution des carbures de type MC (la teneur en carbone du MERL76 étant de 0.02 wt.%). L'ancrage des joints de grains par des carbures est une hypothèse qui peut être avancée dans le cas de l'alliage N19 pour expliquer la non-croissance des grains pour des températures comprises entre 1160°C et 1200°C, la teneur en carbone étant de 0.022 wt.% (*cf.* Chapitre 2, Tableau 2-1). La détermination de la température de mise en solution des carbures complétée par des mesures de tailles de grains après des traitements à des températures supérieures à cette température de mise en solution des carbures pourraient permettre de confirmer cette hypothèse.



**Figure 3-6 : Évolution de la taille de grains en fonction de la température et de la durée de mise en solution dans le cas de l'alliage MERL76 [CHANG, 1996].**

Dans les alliages élaborés par métallurgie des poudres, la délimitation des particules des grains de poudres (Prior Particule Boundaries, PPBs) par les carbures peut empêcher la croissance des grains au-delà des PPBs [GESSINGER, 1984]. Dans l'alliage N19, la croissance des grains peut donc être limitée par des carbures localisés aux PPBs. Cependant, nous n'avons pas réalisé d'observations permettant de vérifier cette hypothèse.

Les conditions de forgeage jouent également un rôle sur la taille de grains atteinte lors d'un traitement de mise en solution supersolvus. Par exemple, Jain *et al.* ont montré, dans le cas de l'Udimet720 élaboré par métallurgie des poudres, que plus la température de forgeage était élevée, plus la taille de grains mesurée après une mise en solution supersolvus était grande [JAIN, 2000]. Enfin, Souaï a observé un effet de la déformation et de la vitesse de déformation appliquées au cours de traitements thermomécaniques sur la taille de grains obtenue après une mise en solution supersolvus, dans le cas des alliages PER®72 élaboré selon la voie conventionnelle (coulé et forgé) et N19 [SOUAÏ, 2011]. Néanmoins, l'effet de ces deux paramètres était nettement moins significatif dans le cas de l'alliage N19.

#### Effet d'un pré-traitement de mise en solution

Schirra *et al.* ont constaté que la taille de grains atteinte après une mise en solution supersolvus était plus grande d'environ 1 à 2 indices ASTM, lorsque le traitement de mise en solution comportait une étape de « préchauffe », c'est-à-dire lorsqu'un maintien de 1 h à une température subsolvus était effectué avant de continuer à augmenter la température jusqu'à la température de mise en solution supersolvus [SCHIRRA, 2004]. Ils ont fait ces observations dans le cas de deux superalliages, le KM4 et le SR3 (voir Chapitre 1, Figure 1.9).

Sur la base de ces observations, et dans le but de faire croître davantage la taille de grains, deux traitements avec deux mises en solution successives à deux températures différentes ont également été réalisés. Ces traitements se composent d'une première mise en solution subsolvus pendant un temps long (4 h et 16 h) suivie d'un refroidissement à l'air jusqu'à température ambiante, puis d'une seconde mise en solution supersolvus pendant un temps plus court (2 h). Le détail de ces deux traitements thermiques est donné dans le Tableau 3-2, ainsi que le diamètre équivalent moyen des grains mesuré pour ces échantillons.



Pré-traitement	Mise en solution	Diamètre équivalent moyen des grains ( $\mu\text{m}$ )
-	1180°C / 2h + ref. 100°C/min	22
1120°C / 4h + ref. 100°C/min	1180°C / 2h + ref. 100°C/min	25
1140°C / 16h + ref. 100°C/min	1180°C / 2h + ref. 100°C/min	24

**Tableau 3-2 : Conditions des traitements thermiques comprenant une étape de pré-traitement avant la mise en solution.**

Nous n'avons pas constaté d'augmentation de la taille de grains lorsqu'un pré-traitement subsolvus était effectué avant une mise en solution supersolvus par rapport à une mise en solution supersolvus sans pré-traitement. Nos observations concernant l'alliage N19 ne sont donc pas en accord avec celles de Schirra *et al.* [SHIRRA, 2004] concernant les alliages KM4 et SR3, cependant, nous n'avons pas d'hypothèse à avancer concernant cette différence de résultats.

La taille de grains joue un rôle crucial sur les propriétés mécaniques aussi bien en traction, qu'en fluage et qu'en propagation de fissure en fatigue-fluage (voir Chapitre 1, § 1.4.2.1). Une microstructure à grains fins est intéressante pour ses propriétés en traction et sa tenue en fatigue élevées. Une microstructure à gros grains est privilégiée pour sa meilleure résistance au fluage et à la propagation de fissure avec temps de maintien.

Dans la suite de l'étude, nous retiendrons deux conditions de mise en solution :

- une mise en solution subsolvus à 1120°C pendant 4 heures, conduisant à une microstructure à grains fins, d'environ 5  $\mu\text{m}$  ;
- une mise en solution supersolvus à 1180°C pendant 2 heures, permettant d'obtenir une microstructure à gros grains, d'environ 25  $\mu\text{m}$ .

### 3.3 Influence des conditions de refroidissement

La mise en solution à haute température est suivie d'un refroidissement à vitesse plus ou moins rapide, qui est également appelé trempe. L'ébauche d'un disque de turbine étant une pièce massive, les vitesses de refroidissement varient d'un point à un autre de cette pièce. Les vitesses de refroidissement mesurées au cœur de l'ébauche du disque sont plus faibles que les vitesses mesurées en périphérie, comme le montrent les mesures effectuées sur des ébauches de disques équipées de thermocouples et les modélisations des vitesses de refroidissement [MONS, 1996 ; WALLIS, 1988]. Ainsi, la modélisation d'une trempe à l'huile avec un temps de transfert d'une ébauche en N18 montre que les vitesses de refroidissement à cœur sont de l'ordre de 100°C/min, tandis qu'elles peuvent atteindre des vitesses supérieures à 400°C/min en surface [MONS, 1996]. Il est donc nécessaire de connaître l'effet des conditions de refroidissement sur la microstructure des superalliages base-nickel pour disque. Plusieurs études ont montrées que les conditions de refroidissement influent principalement sur la taille et la morphologie des  $\gamma'$  secondaires, ainsi que sur la distance entre ces précipités [BHOWAL, 1990 ; MITCHELL, 2004 ; SAROSI, 2007 ; WLODEK, 1996]. Les précipités  $\gamma'$  secondaires se forment en effet au cours du refroidissement. C'est pourquoi ils sont également nommés «  $\gamma'$  de refroidissement » [BHOWAL, 1990], ou «  $\gamma'$  de trempe ».

Nous cherchons ici à caractériser l'effet de différentes conditions de refroidissement sur la précipitation des  $\gamma'$  secondaires dans l'alliage N19 après les deux conditions de mise en solution retenues :

- une mise en solution subsolvus effectuée à 1120°C pendant 4 h ;
- une mise en solution supersolvus effectuée à 1180°C pendant 2 h.

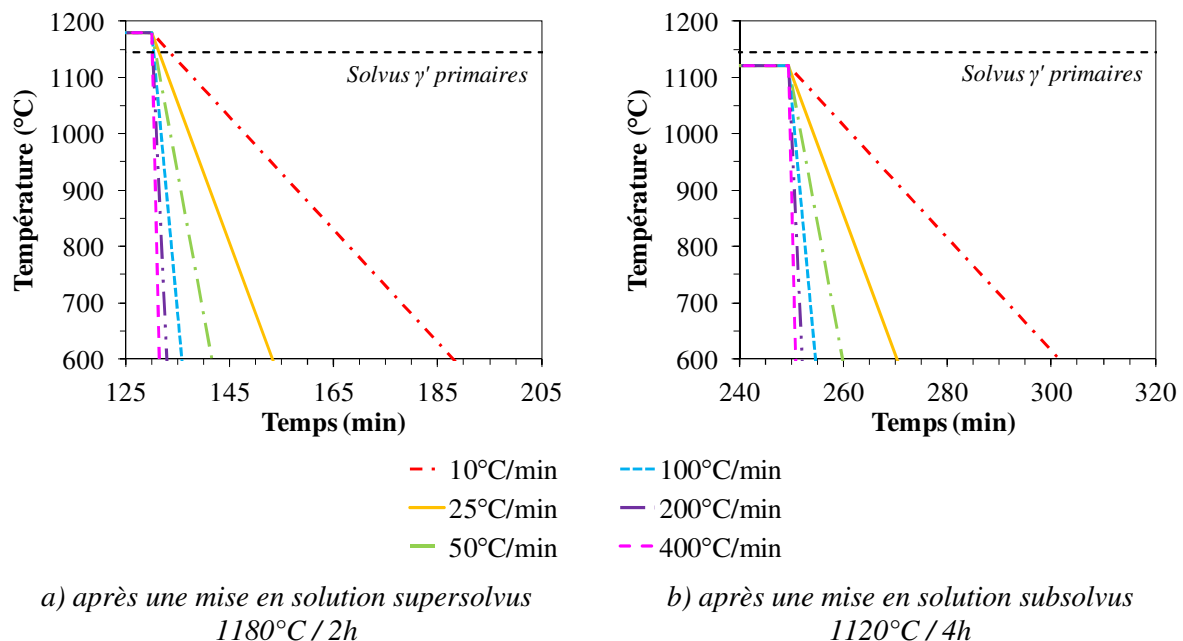
Plusieurs conditions de refroidissement étudiées sont :

- des refroidissements linéaires ;
- des refroidissements appelés refroidissements « double-pente », avec une première vitesse de refroidissement plutôt lente jusqu'à une température dite de transition suivie d'une seconde vitesse de refroidissement plutôt rapide jusqu'à la température ambiante ;
- des refroidissements avec un palier de ré-homogénéisation de la matrice.

L'effet des refroidissements « double-pente » et des refroidissements avec palier a été étudié uniquement après la mise en solution supersolvus.

### 3.3.1 Refroidissements linéaires

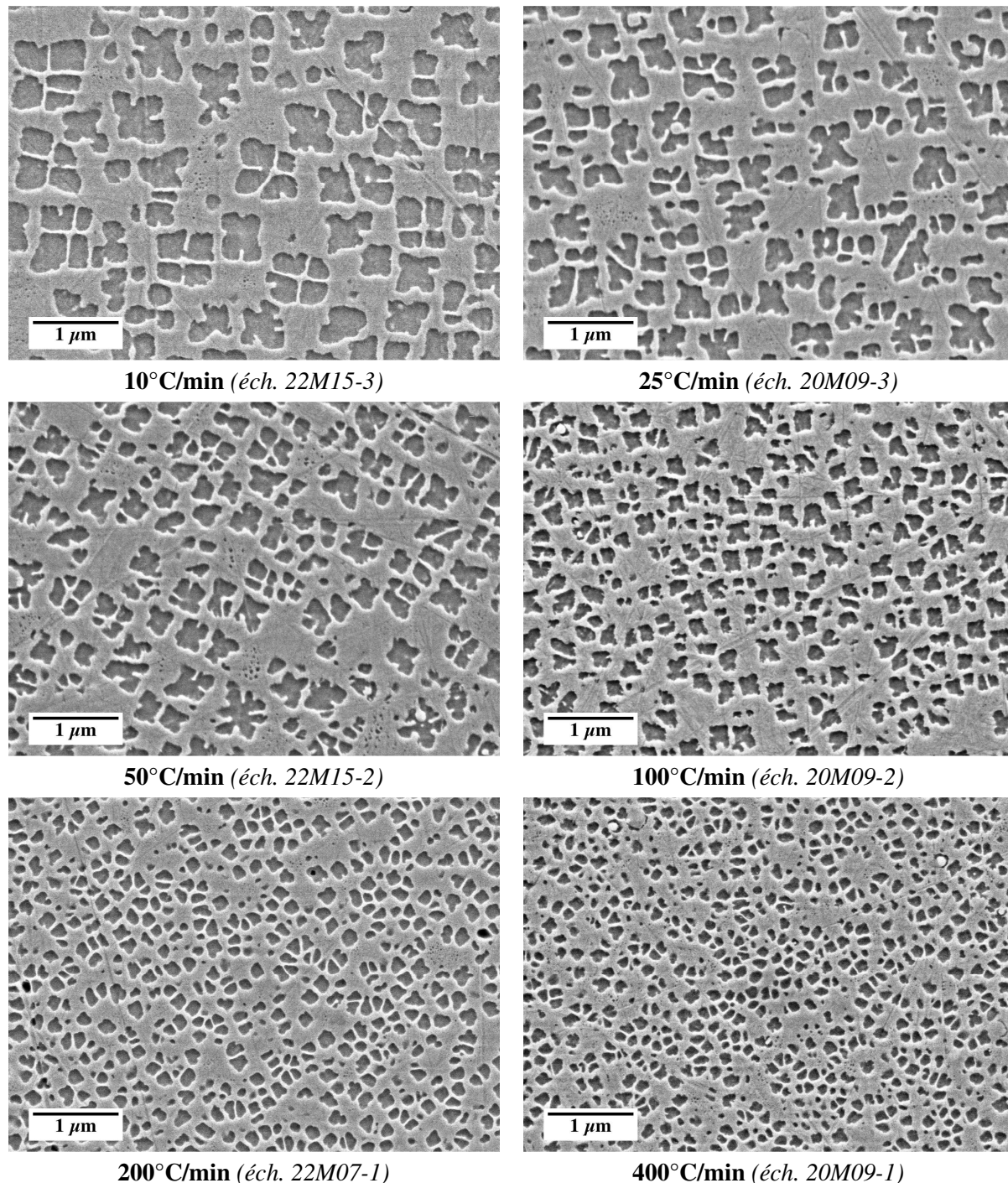
Six vitesses de refroidissement ont été étudiées, après une mise en solution supersolvus de 2 h à 1180°C, et après une mise en solution subsolvus de 4 h à 1120°C : 10°C/min, 25°C/min, 50°C/min, 100°C/min, 200°C/min et 400°C/min (voir Figure 3-7). Ces refroidissements ont été effectués à vitesse constante depuis la température de mise en solution, jusqu'à une température inférieure à 600°C.



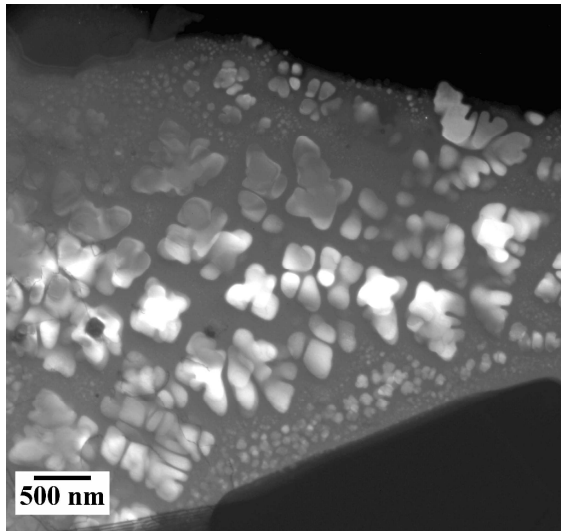
**Figure 3-7 : Vitesses de refroidissement étudiées.**

Les microstructures issues de ces différents traitements thermiques avec une mise en solution supersolvus ont été observées, en MEB après attaque chimique (*cf.* Chapitre 2, § 2.3.3.1) et en MET, afin d'étudier l'effet de la vitesse de refroidissement sur la précipitation de la phase  $\gamma'$ . Les observations MEB de ces microstructures sont présentées Figure 3-8, les observations MET sont présentées en Annexe C1. Les microstructures issues des traitements de mise en

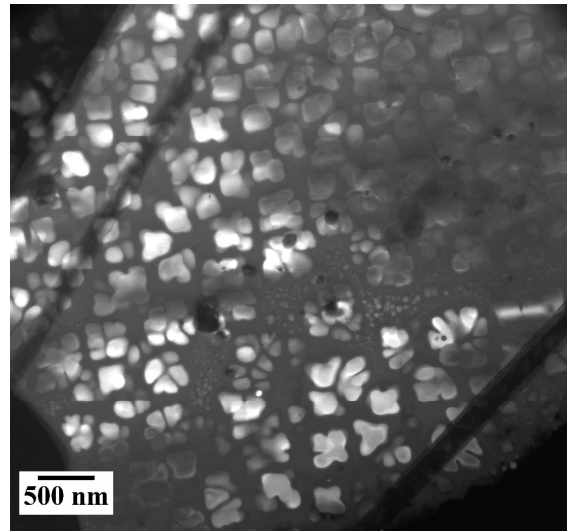
solution subsolvus suivis des différentes vitesses de refroidissement ont été observées seulement en MET (cf. Chapitre 2, § 2.3.3.2). Les observations de ces microstructures sont présentées Figure 3-9.



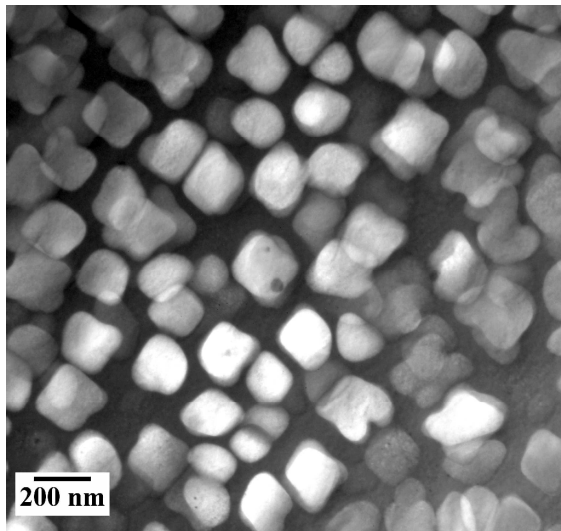
**Figure 3-8 : Observations en MEB (électrons secondaires) de la microstructure du N19 après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie de différentes vitesses de refroidissement.**



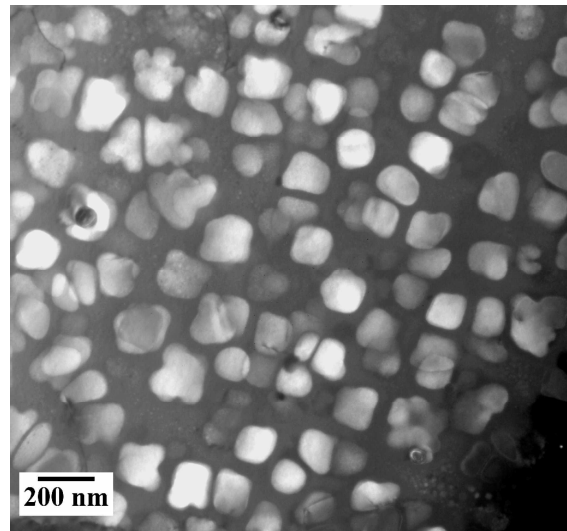
10°C/min (éch. 22M17-2)



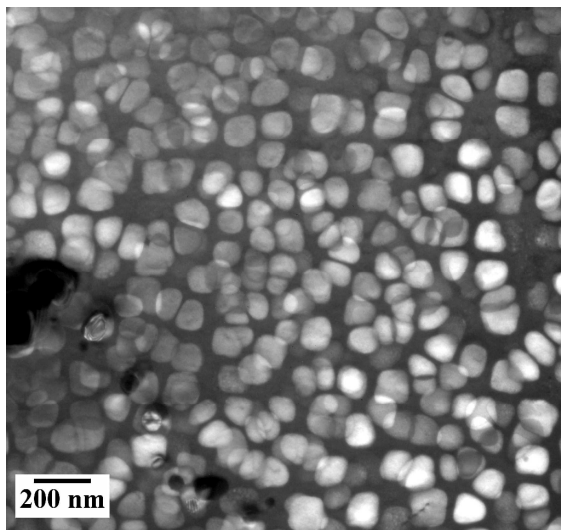
25°C/min (éch. 20M01-3)



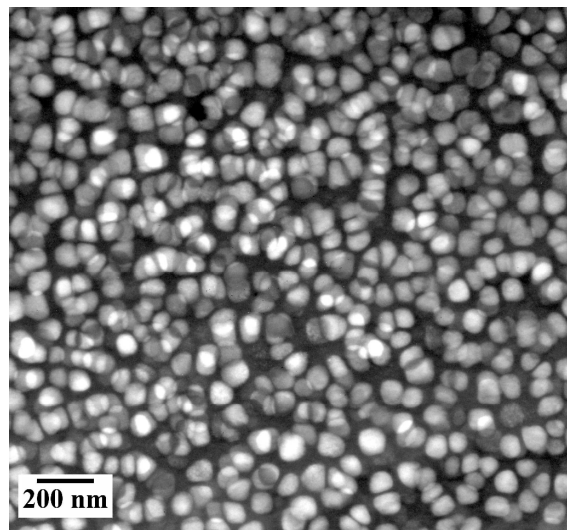
50°C/min (éch. 22M17-3)



100°C/min (éch. 20M01-2)



200°C/min (éch. 22M13-1)



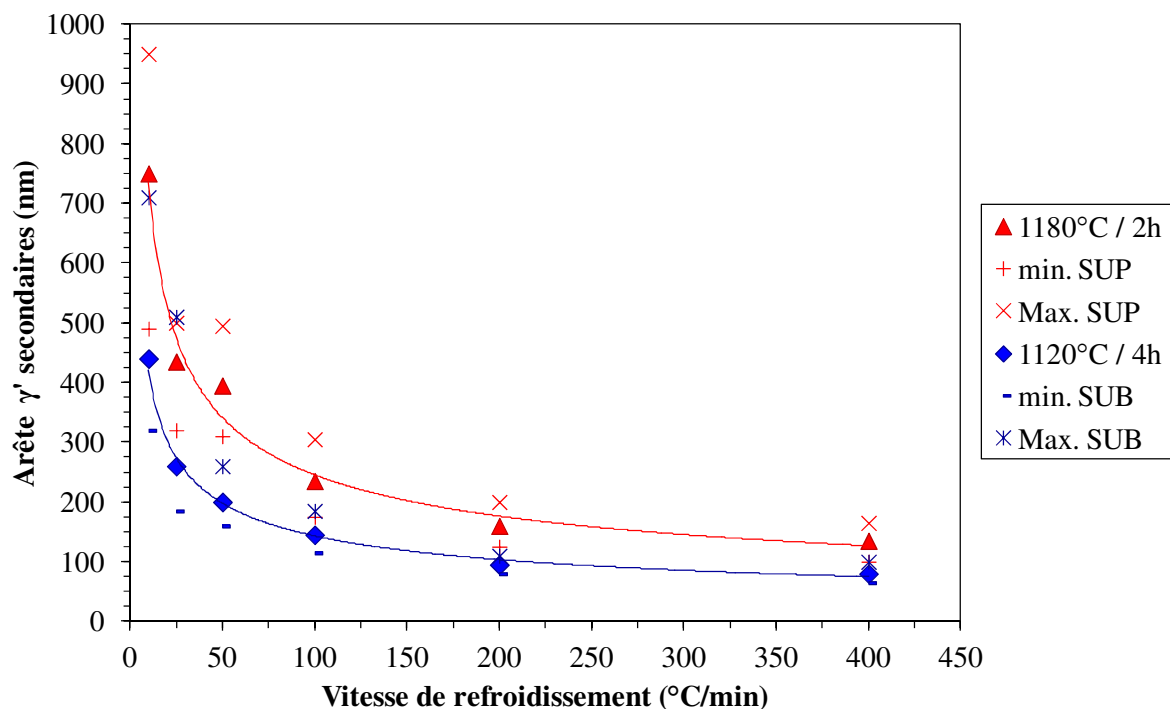
400°C/min (éch. 20M17-1)

Figure 3-9 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) de la microstructure du N19 après une mise en solution subsolvus (1120°C / 4 h) suivie de différentes vitesses de refroidissement.

Ces observations révèlent que, aussi bien après une mise en solution supersolvus à 1180°C pendant 2 h qu'après une mise en solution subsolvus à 1120°C pendant 4 h, la vitesse de refroidissement a un effet significatif sur la distribution des précipités  $\gamma'$  secondaires, sur la taille, et sur la morphologie de ces précipités. Lorsque la vitesse de refroidissement diminue, la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires augmente et leur morphologie évolue, et passe d'une forme sphérique à une forme cubique. Pour les vitesses de refroidissements les plus lentes, 25°C/min et 10°C/min, les précipités ont une forme d'octocube, c'est-à-dire, qu'ils sont constitués, en trois dimensions, de huit cubes reliés entre eux par un neuvième cube situé au centre de ces huit cubes.

Ces résultats étaient attendus et sont en accord avec de nombreuses études qui ont également portés sur l'effet de la vitesse de refroidissement sur les précipités  $\gamma'$  secondaires [BHOWAL, 1990 ; GAYRAUD, 1995 ; GROSDIDIER, 1998 ; MITCHELL, 2004].

La taille des précipités  $\gamma'$  secondaires a été mesurée à partir des observations réalisées en MET (*cf.* Chapitre 2, § 2.3.3), présentées en Annexe C1 dans le cas d'une mise en solution supersolvus et sur la Figure 3-9 dans le cas d'une mise en solution subsolvus. La variation de la taille de ces précipités en fonction de la vitesse de refroidissement est présentée Figure 3-10.



**Figure 3-10 : Évolution de la taille et de la morphologie des précipités  $\gamma'$  secondaires avec la vitesse de refroidissement après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) et après une mise en solution subsolvus (1120°C / 4 h).**

La représentation de cette même courbe dans un graphique avec des échelles logarithmiques (voir Figure 3-11) montre que l'évolution de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement suit une loi puissance, avec un exposant environ égal à -0.47, aussi bien après une mise en solution supersolvus qu'après une mise en solution subsolvus.

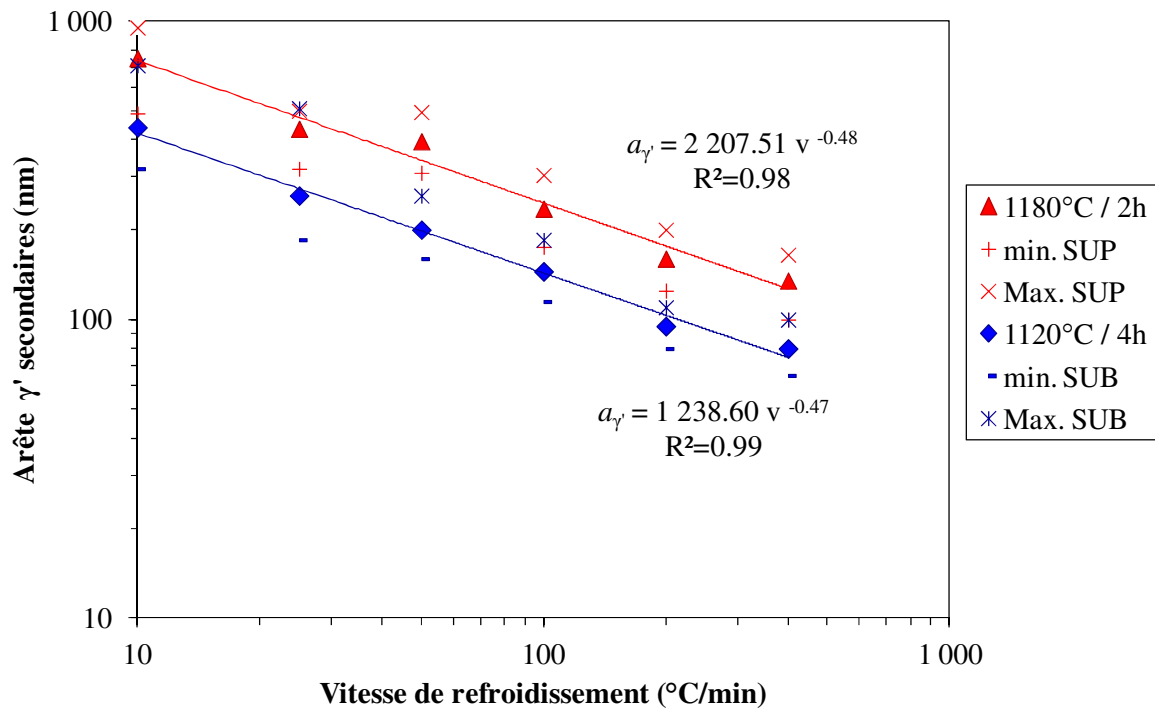


Figure 3-11 : Évolution de la taille et de la morphologie des précipités  $\gamma'$  secondaires avec la vitesse de refroidissement après une mise en solution supersolvus (1180 $^{\circ}\text{C}$  / 2 h) et après une mise en solution subsolvus (1120 $^{\circ}\text{C}$  / 4 h).

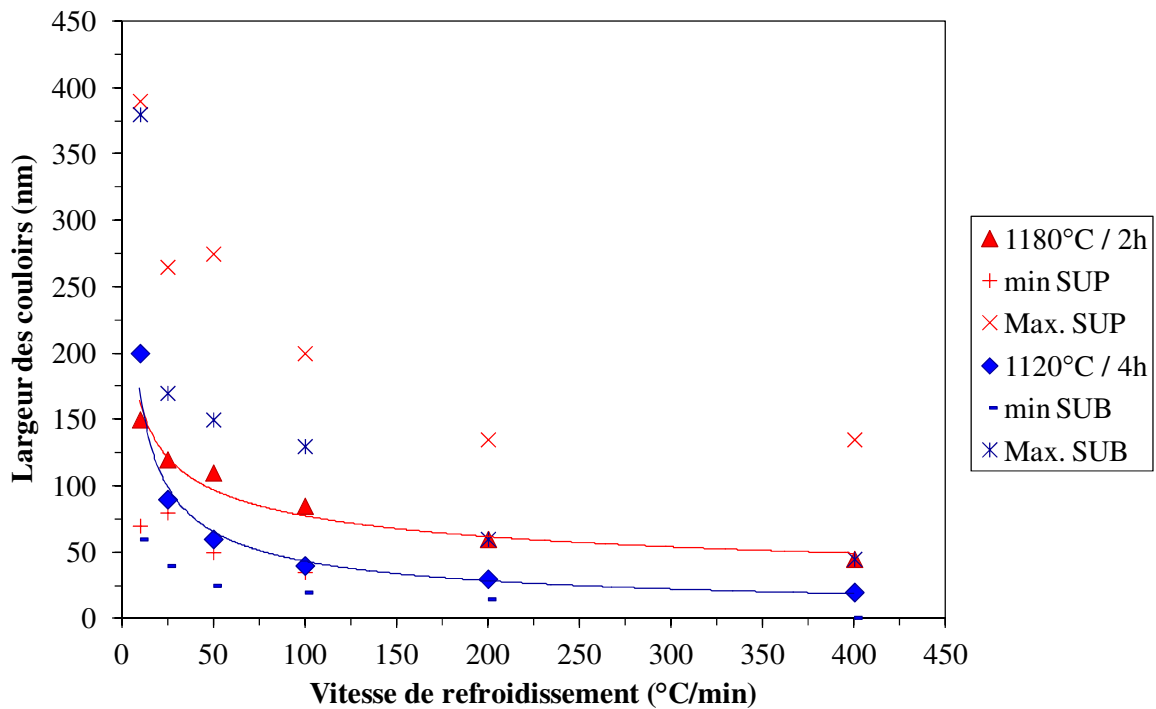


Figure 3-12 : Variation de la largeur des couloirs de matrice  $\gamma$  entre les précipités  $\gamma'$  secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement après une mise en solution supersolvus (1180 $^{\circ}\text{C}$  / 2 h) et après une mise en solution subsolvus (1120 $^{\circ}\text{C}$  / 4 h).



La largeur des couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires a également été mesurée en fonction de la vitesse de refroidissement (voir Chapitre 2, § 2.3.3.2.2). Les résultats sont présentés Figure 3-12.

Ces graphiques montrent que plus la vitesse de refroidissement est basse, plus la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires est grande et plus la distance entre ces précipités est grande. La dispersion de taille est aussi plus importante pour les vitesses de refroidissement faibles. La taille mesurée après le refroidissement à 50°C/min paraît un peu élevée.

La température de mise en solution a aussi une influence, mais moindre, sur la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires : à vitesse de refroidissement égale, la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires est plus faible après une mise en solution subsolvus qu'après une mise en solution supersolvus. Ce phénomène a également été observé par Locq *et al.* sur l'alliage NR3 [Locq, 2004]. On peut avancer deux hypothèses pour expliquer cette différence :

- dans les microstructures subsolvus, une partie des éléments  $\gamma'$ -gènes sont « retenus » dans les précipités  $\gamma'$  primaires, et de ce fait la quantité d'éléments  $\gamma'$ -gènes disponible pour faire grossir les  $\gamma'$  secondaires est plus importante dans la matrice supersolvus que dans la matrice subsolvus ;
- la germination des  $\gamma'$  secondaires se produit peut-être à une température plus élevée après une mise en solution supersolvus qu'après une mise en solution subsolvus, ce qui laisse plus de temps aux  $\gamma'$  secondaires pour croître après une mise en solution supersolvus.

Ces observations et ces mesures montrent donc que la vitesse de refroidissement influe sur :

- la morphologie de ces précipités ;
- la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires ;
- la distance entre ces précipités.

Nous avons résumé les principales caractéristiques des précipités  $\gamma'$  secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement et de la température de mise en solution dans le Tableau 3-3 et dans le Tableau 3-4.

La comparaison de ces deux tableaux montre que les changements de morphologie de sphérique à cubique et de cubique à octocubique sont observés pour des vitesses de refroidissement plus grandes lorsque la mise en solution est subsolvus que lorsque la mise en solution est supersolvus.

<i>Après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2h)</i>		
Vitesse de refroidissement	Morphologie	Taille (nm)
400°C/min	Sphères	100 - 165
200°C/min	Cubes	125 - 200
100°C/min	Cubes avec début de croissance aux coins	175 - 300
50°C/min		310 - 500
25°C/min	Octocubes	320 - 500
10°C/min		490 - 950

**Tableau 3-3 : Caractéristiques des précipités  $\gamma'$  secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement après une mise en solution supersolvus.**

Après une mise en solution subsolvus (1120°C / 4h)		
Vitesse de refroidissement	Morphologie	Taille (nm)
400°C/min	Sphères	65 - 100
200°C/min	Cubes	80 - 110
100°C/min		110 - 190
50°C/min		160 - 260
25°C/min	Cubes avec début de croissance aux coins	190 - 510
10°C/min	Octocubes	320 - 710

**Tableau 3-4 : Caractéristiques des précipités  $\gamma'$  secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement après une mise en solution subsolvus.**

La variation de la taille des précipités avec la vitesse de refroidissement peut être interprétée à partir des théories classiques de la germination (d'après [PHILIBERT, 1998] et [MARTIN, 1980]). En considérant que la germination est homogène, l'énergie libre  $\Delta G$ , associée à la formation d'un embryon, ou noyau, de phase  $\gamma'$  de rayon  $r$  dans la matrice  $\gamma$ , est composée d'un terme de volume et d'un terme de surface :

$$\Delta G = \underbrace{\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_{\gamma\gamma'}}_{\text{Terme volumique}} + \underbrace{4\pi r^2 \Gamma_{\gamma\gamma'}}_{\text{Terme surfacique}}$$

avec  $\Gamma_{\gamma\gamma'}$  l'énergie d'interface, et  $\Delta G_{\gamma\gamma'}$  la différence d'énergie libre entre la phase  $\gamma'$  et la phase  $\gamma$ . C'est aussi l'énergie motrice (ou force motrice) de germination.

Le rayon critique  $r_c$ , c'est-à-dire le rayon minimal d'un noyau pour qu'un germe puisse se développer, correspond au rayon pour lequel  $\Delta G$  est maximale ( $\partial \Delta G / \partial r = 0$ ), et est égal à :

$$r_c = -\frac{2\Gamma_{\gamma\gamma'}}{\Delta G_{\gamma\gamma'}}$$

L'énergie libre correspondante est donc :

$$\Delta G^* = \Delta G(r_c) = \frac{16}{3}\pi \frac{\Gamma_{\gamma\gamma'}^3}{\Delta G_{\gamma\gamma'}^2}$$

$\Delta G_{\gamma\gamma'}$  est un terme qui est proportionnel au sous-refroidissement (undercooling)  $\Delta T = T_e - T$  (avec  $T_e$  la température de précipitation de la phase  $\gamma'$  pour un refroidissement infiniment lent), et qui dépend du degré de sursaturation de la matrice. Ainsi, l'énergie libre nécessaire à la formation d'un noyau de taille critique  $\Delta G^*$  est inversement proportionnelle au carré de  $\Delta T$ .

Le nombre de noyaux de taille critique s'exprime, selon la statistique de Boltzmann :

$$n^* = n_0 \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right)$$

avec  $n_0$  le nombre de sites de formation de noyaux par unité de volume, et  $k_B$  la constante de Boltzmann.



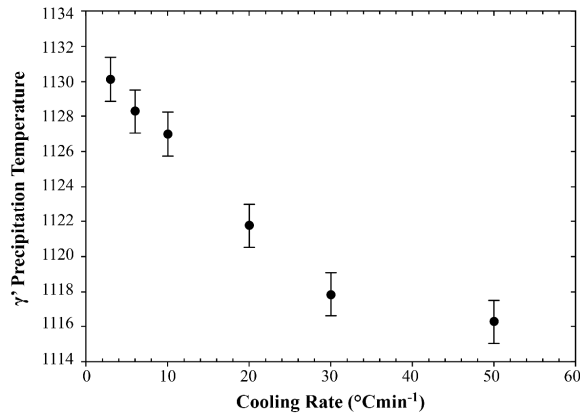
Lorsque le sous-refroidissement  $\Delta T$  et la sursaturation de la matrice sont importants, l'énergie motrice  $\Delta G_{\gamma\gamma'}$  est élevée, ce qui entraîne une baisse de la hauteur de la barrière énergétique et une réduction du rayon critique. De ce fait, le nombre de noyaux de taille critique, et donc le nombre de germes de la phase  $\gamma'$ , est grand. Cependant, lorsque la température baisse, la cinétique de croissance diminue également car la diffusion des atomes est réduite. Il existe une température pour laquelle la vitesse de transformation est maximale.

Ainsi, lorsque la vitesse de refroidissement est élevée, l'énergie motrice de précipitation (ou « force » motrice) est plus grande, car la sursaturation et le sous-refroidissement sont importants. Il se forme plus de germes, et donc le nombre de précipités  $\gamma'$  secondaires est plus important que lorsque la vitesse de refroidissement est moins élevée. Par contre, lorsque la vitesse de refroidissement est plus basse, il y a moins de germes, mais le temps passé à relativement haute température est plus long, ce qui rend la diffusion des éléments plus facile, et donc la croissance des précipités  $\gamma'$  secondaires est plus grande. Ceci permet d'expliquer ce que nous avons observé :

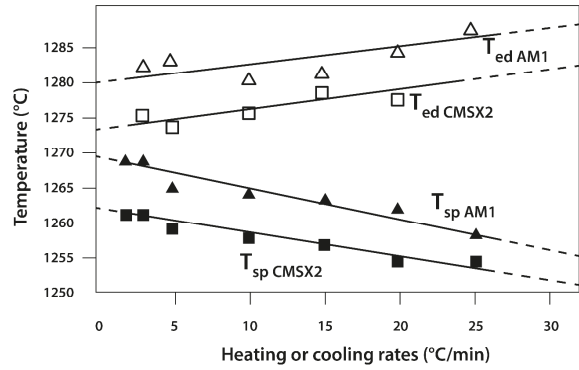
- lorsque la vitesse de refroidissement est élevée, la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires est plus petite, et leur nombre est plus grand ;
- inversement, lorsque la vitesse de refroidissement est faible, les précipités sont moins nombreux, mais ils sont plus gros.

Ainsi, il a été rapporté par plusieurs auteurs que la température de début de précipitation diminuait lorsque la vitesse de refroidissement augmentait dans le cas des superalliages base nickel polycristallins, tels que l'alliage UC01 (alliage expérimental) [MITCHELL, 2008-A] et le N18 [GAYRAUD, 1995], et monocristallins comme l'AM1 et le CMSX2 [GROSDIDIER, 1998], comme le montrent les graphiques de la Figure 3-13.

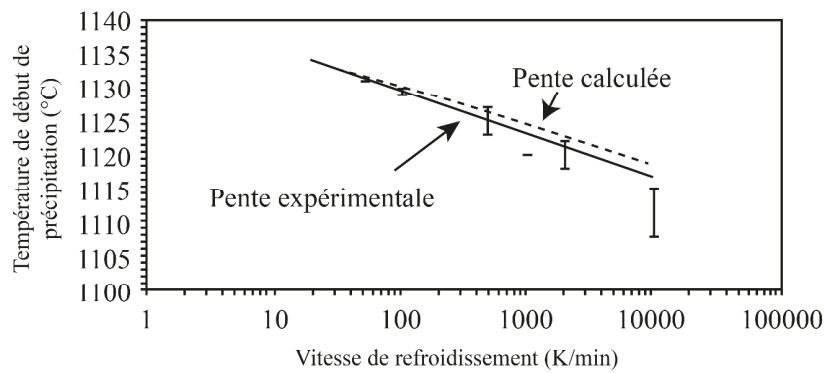
L'augmentation de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires est accompagnée d'une modification de leur morphologie. Le passage d'une morphologie sphérique des précipités  $\gamma'$  secondaires à une morphologie cubique, puis à une morphologie de type « octocube » est un phénomène connu dans les superalliages. Il a été mis en évidence notamment par Ricks *et al.* et par Grosdidier *et al.* [RICKS, 1983 ; GROSDIDIER, 1998]. Ricks *et al.* ont mis en évidence ce changement de morphologie en faisant varier le temps de maintien à une température inférieure de 20°C à la température de solvus des  $\gamma'$  du superalliage étudié, juste après une mise en solution suivie d'un refroidissement à 60°C/min depuis la température de mise en solution jusqu'à cette température de temps de maintien. Par conséquent, le changement de morphologie est le résultat de la croissance des précipités. Au cours du refroidissement, les précipités ont plus ou moins le temps de croître en fonction de la vitesse de refroidissement appliqué. Ainsi, un refroidissement suffisamment lent permettra aux précipités de croître et de prendre une forme d'octocube, tandis qu'un refroidissement rapide limitera la croissance des précipités, et ceux-ci seront de forme sphérique. Grosdidier *et al.* ont montré que la succession de différentes morphologies prises par les précipités  $\gamma'$  secondaires était notamment le résultat d'une interaction progressive avec les précipités voisins [GROSDIDIER, 1998].



a) Alliage UC01 [MITCHELL, 2008-A]



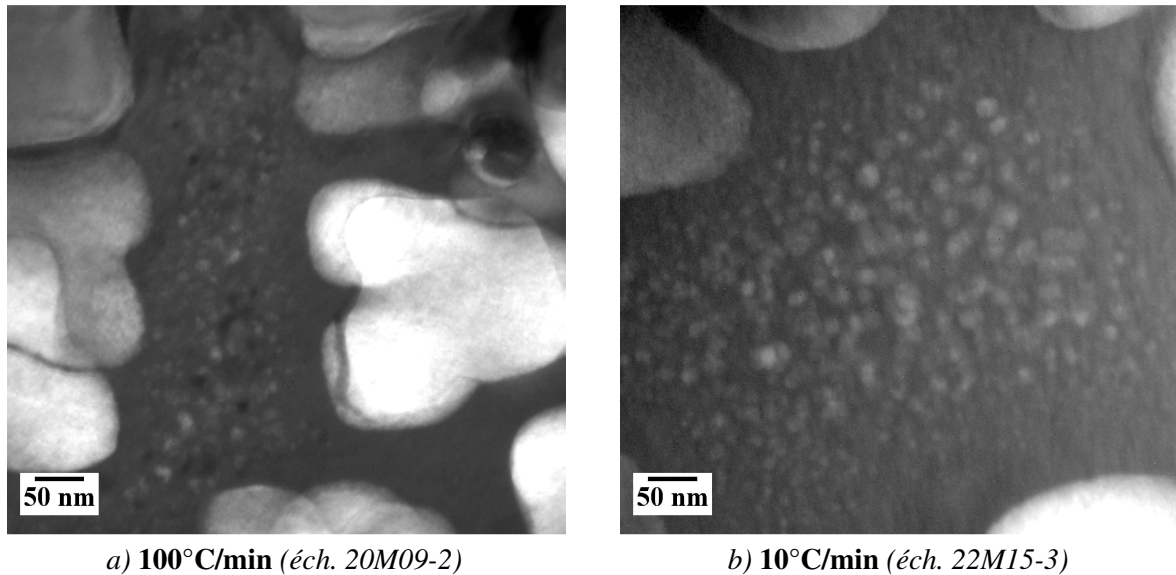
b) AM1 et CMSX2 [GROSDIDIER, 1998]



c) N18 [GAYRAUD, 1995]

**Figure 3-13 : Variation de la température de début de précipitation des  $\gamma'$  en fonction de la vitesse de refroidissement dans le cas : a) de l'alliage UC01 [MITCHELL, 2008], b) de l'AM1 et CMSX2 [GROSDIDIER, 1998], et c) du N18 [GAYRAUD, 1995].**

L'observation à plus fort grandissement permet de mettre en évidence une précipitation plus fine dans les zones dépourvues de  $\gamma'$  secondaires, comme le montrent les micrographies de la Figure 3-14. Ces précipités se sont formés en fin de refroidissement, lorsque la température n'est plus assez élevée pour permettre la diffusion des éléments et donc la croissance des  $\gamma'$  secondaires qui ont germés en début de refroidissement, mais est encore suffisamment élevée pour permettre la germination de précipités  $\gamma'$  à partir de la matrice  $\gamma$  sursaturée en éléments  $\gamma'$ -gènes. Ces précipités sont appelés  $\gamma'$  tertiaires.



**Figure 3-14 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300\ \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) de la précipitation de  $\gamma'$  tertiaires entre les précipités  $\gamma'$  secondaires dans l'alliage N19 après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie d'un refroidissement a) à 100°C/min et b) à 10°C/min.**

La vitesse de refroidissement a également un effet sur le diamètre maximal des précipités  $\gamma'$  tertiaires. Cependant, la taille maximale de ces précipités  $\gamma'$  tertiaires varie en fonction de la largeur du couloir entre les précipités  $\gamma'$  secondaires où ils sont observés en MET (la taille maximale des précipités  $\gamma'$  tertiaires dépend de la distance que les éléments  $\gamma'$ -gènes ont à franchir par diffusion pour rejoindre le précipité  $\gamma'$  secondaire ou le précipité  $\gamma'$  tertiaire le plus proche). De ce fait, il est difficile d'établir une corrélation entre la vitesse de refroidissement et le diamètre maximal des  $\gamma'$  tertiaires. De plus, pour les vitesses de refroidissement élevées (supérieures à 100°C/min après une mise en solution supersolvus, et supérieures à 25°C/min après une mise en solution subsolvus), ces précipités sont difficilement observables car leur taille est inférieure à 5 nm.

À partir des observations en MET, on peut simplement conclure que le diamètre maximal des précipités  $\gamma'$  tertiaires est d'autant plus grand que la vitesse de refroidissement est faible. Ce diamètre avoisine les 30 nm après un refroidissement à 10°C/min, et est inférieure à 5 nm après un refroidissement à 400°C/min. Et, pour une même vitesse de refroidissement, ce diamètre est plus grand lorsque la mise en solution a été effectuée à 1180°C (supersolvus).

Remarque : si la vitesse de refroidissement est trop élevée, il n'y aura pas de tertiaires, comme cela a été observé en MET par Sinh *et al.* dans l'alliage René88DT après une trempe eau [SINH, 2011].

### 3.3.2 Refroidissement double-pente

Lors de la réalisation des traitements thermiques à l'échelle industrielle sur pièce massive, il existe un risque important de fissuration de la pièce dû à une différence de contraintes entre la périphérie et le cœur du disque. Pour éviter ce phénomène, une courte étape de refroidissement à l'air est généralement intercalée entre la sortie du four, dans lequel la mise en solution a été réalisée, et l'introduction dans le milieu de trempe (bain d'huile) [KISSINGER, 1996]. Il s'agit d'une trempe indirecte.

De ce fait, le refroidissement des pièces industrielles peut être approximé par un refroidissement avec deux vitesses de refroidissement (c'est-à-dire deux pentes de refroidissement) : une première vitesse plutôt lente correspondant au refroidissement à l'air pendant le temps de transfert entre le four de mise en solution et le bain de trempe, et une seconde vitesse plus rapide correspondant à la trempe huile.

Nous avons reproduit cette trempe indirecte au moyen de traitements thermiques comprenant une mise en solution supersolvus ( $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h}$ ) suivie, dans un premier temps d'un refroidissement lent jusqu'à une certaine température, appelée température de transition, puis, dans un second temps, d'un refroidissement rapide, comme le montre le schéma de la Figure 3-15. Dans la suite du manuscrit, ce type de refroidissement sera appelé refroidissement double-pente. Nous nous sommes intéressés à des refroidissements double-pente uniquement après une mise en solution supersolvus.

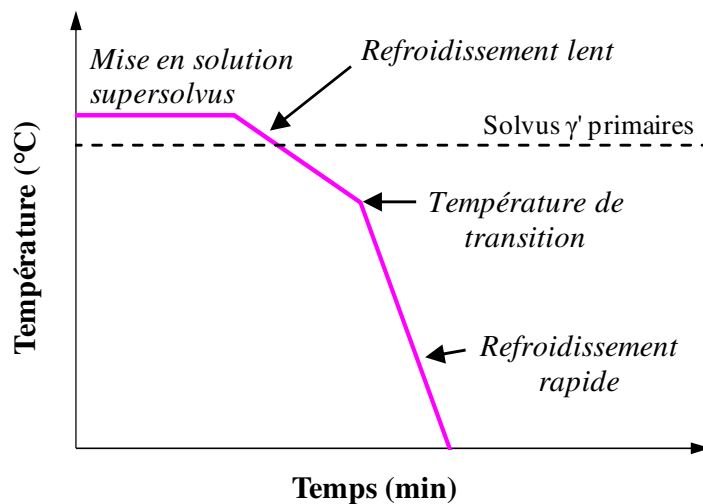


Figure 3-15 : Schéma de principe des refroidissements double-pente.

Deux vitesses de refroidissement ( $25^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et  $40^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) et trois températures de transition ( $1080^{\circ}\text{C}$ ,  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $1120^{\circ}\text{C}$ ) ont été testées, afin de déterminer l'effet de ces paramètres sur la précipitation des  $\gamma'$ , ce qui fait un total de cinq traitements thermiques avec un refroidissement double-pente. Le refroidissement en-dessous de la température de transition a été effectué à  $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Le détail de ces traitements thermiques est donné dans le Tableau 3-5. Ces traitements ont également été représentés Figure 3-16.

Mise en solution	Refroidissement double-pente			Dénomination du refroidissement
	1 <sup>ère</sup> vitesse refroidissement	Température de transition	2 <sup>nde</sup> vitesse de refroidissement	
1180°C / 2h	25°C/min	1120°C	100°C/min	R25-1120-R100
	25°C/min	1100°C	100°C/min	R25-1100-R100
	25°C/min	1080°C	100°C/min	R25-1080-R100
	40°C/min	1100°C	100°C/min	R40-1100-R100
	40°C/min	1080°C	100°C/min	R40-1080-R100

Tableau 3-5 : Paramètres des traitements thermiques avec un refroidissement double-pente.

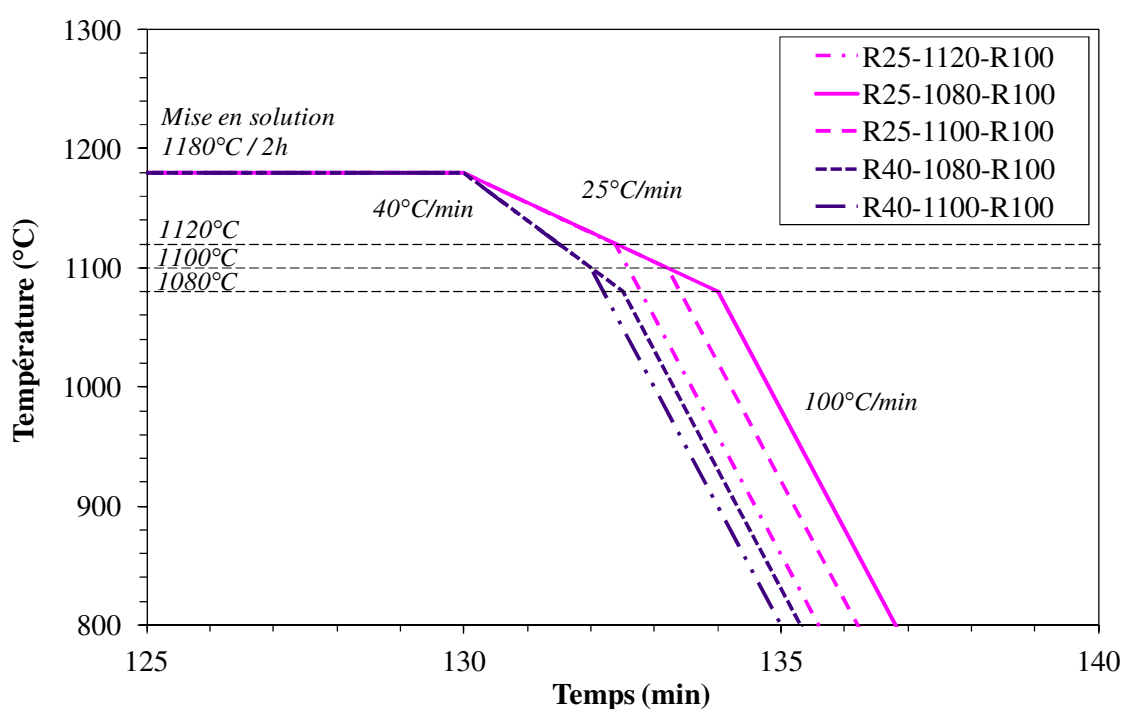


Figure 3-16 : Refroidissements double-pente après une mise en solution supersolvus à 1180°C pendant 2 h.

Les observations de ces microstructures ont été réalisées en microscopie électronique en transmission, et elles sont présentées Figure 3-17 et Figure 3-18. Pour comparaison, la microstructure de l'échantillon traité supersolvus (1180°C / 2 h) suivi d'un refroidissement linéaire à 100°C/min, et observée dans les mêmes conditions, est également présentée sur ces Figure 3-17 et Figure 3-18.

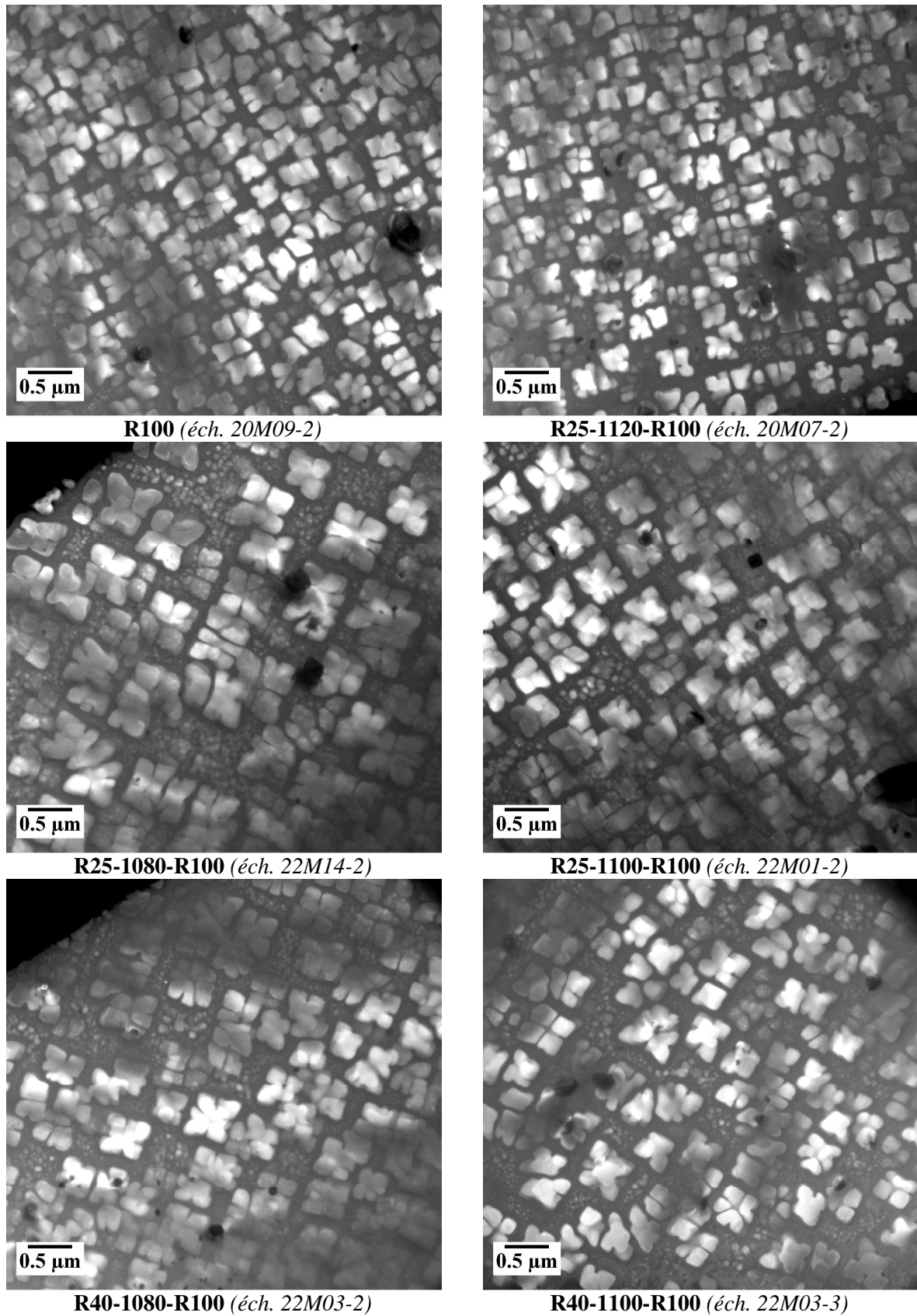


Figure 3-17 : Effet des refroidissements double-pente sur la distribution des précipités  $\gamma'$  secondaires après une mise en solution supersolvus ( $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h}$ ) et comparaison avec le refroidissement linéaire à  $100^{\circ}\text{C/min}$ . Observations en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ).



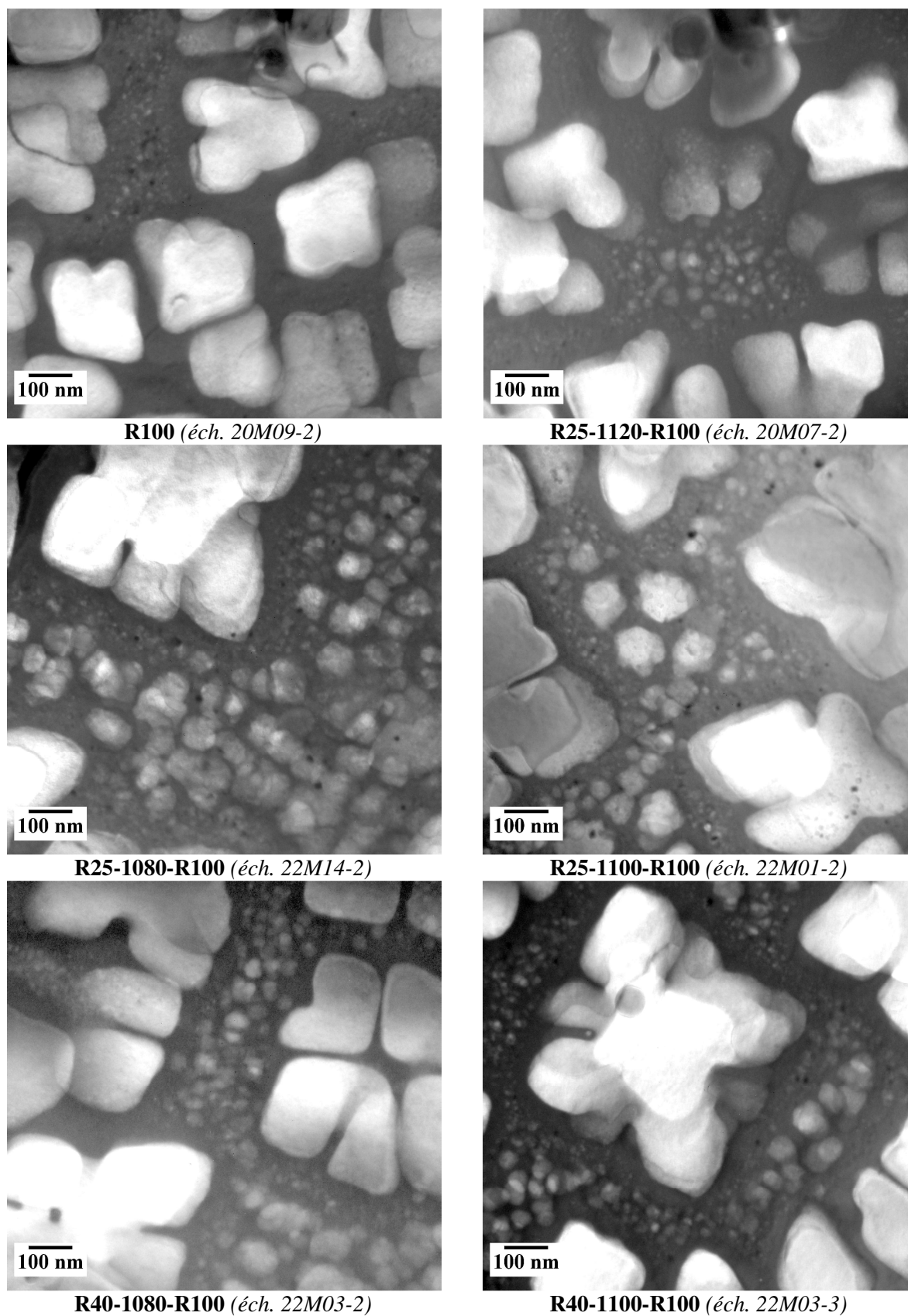
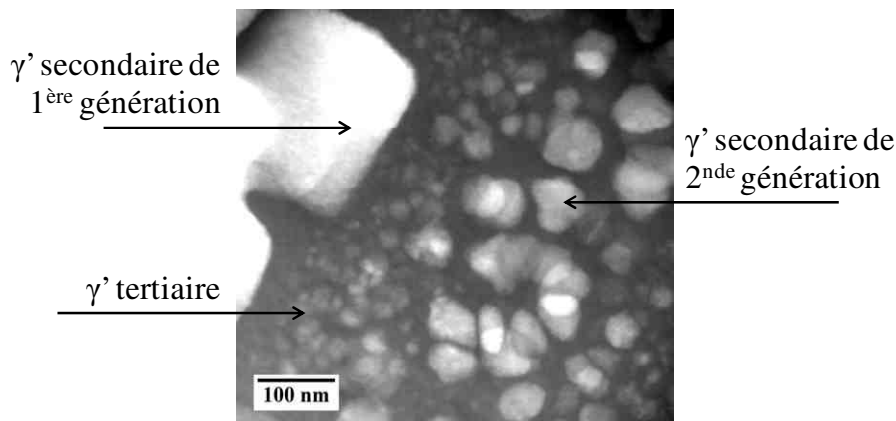


Figure 3-18 : Effet des refroidissements double-pente sur la distribution des précipités  $\gamma'$  secondaires après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) et comparaison avec le refroidissement linéaire à 100°C/min. Observations en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ).

À partir des observations précédentes, nous constatons qu'il n'y a pas de différence significative entre le refroidissement linéaire à 100°C/min et le refroidissement R25-1120-R100. Par contre, les microstructures issues des autres refroidissements double-pente étudiés présentent plusieurs populations de précipités  $\gamma'$  (voir Figure 3-19) :

- des gros précipités  $\gamma'$  secondaires, dits de « première génération », avec une forme d'octocube et une longueur d'arête comprise entre 250 nm et 500 nm ;
- des précipités  $\gamma'$  secondaires de taille beaucoup plus petite, dits de « seconde génération », de forme sphérique et de diamètre maximal compris entre 30 nm et 100 nm ;
- des précipités  $\gamma'$  tertiaires de forme sphérique et de diamètre compris entre 15 et 30 nm.



**Figure 3-19 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300$   $\gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) de la microstructure intragranulaire du N19 après le traitement thermique : 1180°C/2h + refroidissement 25°C/min jusqu'à 1080°C puis refroidissement 100°C/min (éch. 22M14-2).**

Nous supposons que les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération se sont formés au cours de la première partie du refroidissement qui a été effectuée à une vitesse plutôt lente : les germes sont peu nombreux, mais ces précipités sont gros. Les petits précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération se sont sans doute formés pendant la seconde partie du refroidissement effectué à 100°C/min. Enfin, les  $\gamma'$  tertiaires auraient précipité en fin de refroidissement, lorsque la température est encore suffisamment élevée pour permettre la germination.

L'absence de différence significative entre un refroidissement à 100°C/min et un refroidissement R25-1120-R100 serait due à la température de transition trop élevée : nous supposons que cette température (1120°C) est supérieure, ou proche de la température de début de précipitation avec un refroidissement à 25°C/min.

Les tailles des précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> et de 2<sup>nde</sup> génération ont été mesurées à partir des observations réalisées en MET. Les résultats sont présentés sur la Figure 3-20 en ce qui concerne les précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération et dans le Tableau 3-6 en ce qui concerne les précipités  $\gamma'$  secondaires de 2<sup>nde</sup> génération.



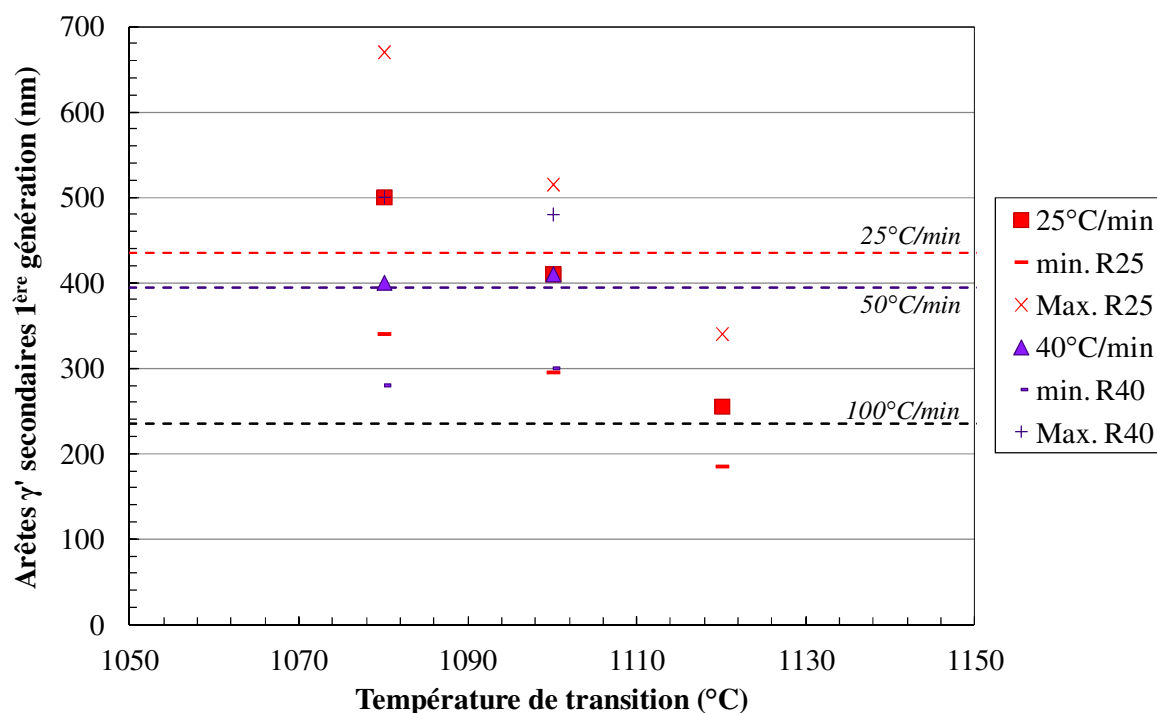


Figure 3-20 : Variation de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération en fonction de la température de transition et de la première vitesse de refroidissement au cours d'un refroidissement double-pente, et comparaison avec la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires après des refroidissements linéaires à 25°C/min, 50°C/min et 100°C/min. (Mise en solution supersolvus 1180°C / 2 h).

Refroidissement	Diamètre maximal des précipités $\gamma'$ secondaires de 2 <sup>nde</sup> génération
R25-1120-R100	-
R25-1080-R100	65 – 75
R25-1100-R100	70 - 100
R40-1080-R100	30 - 40
R40-1100R-R100	30 - 60

Tableau 3-6 : Variation de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération en fonction de la température de transition et de la première vitesse de refroidissement au cours d'un refroidissement double-pente après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h).

À partir de ces résultats, nous pouvons faire plusieurs constatations :

- La microstructure après le refroidissement double-pente R25-1120-R100 est proche de celle obtenue après un refroidissement linéaire à 100°C/min. Les tailles des précipités  $\gamma'$  secondaires de ces deux microstructures sont effectivement proches.
- Lorsque la première vitesse de refroidissement est de 25°C/min, la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération augmente lorsque la température de transition diminue, pour les températures de transition étudiées (1110°C et 1080°C). Ce résultat semble logique puisque le temps passé à haute température est d'autant plus long que

la température de transition est basse, ce qui laisse le temps aux précipités de croître davantage.

- Lorsque la première vitesse de refroidissement est de 40°C/min, la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération ne varie pas avec la température de transition. On peut supposer que la vitesse de refroidissement de 40°C/min est trop rapide pour permettre un accroissement conséquent de la taille de ces précipités entre 1100°C et 1080°C.
- La taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération est proche de celles des précipités  $\gamma'$  secondaires mesurées après un refroidissement linéaire à 50°C/min, depuis la même température de mise en solution, dans le cas du refroidissement R40-1080-R100 et dans le cas du refroidissement R40-1100-R100. Nous faisons le même rapprochement entre la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires après un refroidissement linéaire à 25°C/min, et celle des précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération dans le cas du refroidissement R25-1080-R100. Ces observations nous amènent à penser qu'un refroidissement double-pente avec une première vitesse de refroidissement de 25°C/min et une température de transition inférieure à 1080°C conduirait à une taille de précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération guère plus élevée.

Nous en déduisons que la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération dépend de la première vitesse de refroidissement, et de la température de transition. L'effet de la première vitesse de refroidissement sur la taille et le nombre des précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération est similaire à celui observé lors des refroidissements linéaires (*cf.* § 3.3.1) : plus la première vitesse de refroidissement est lente, moins il y a de germes, et plus les  $\gamma'$  secondaires sont gros. Ces résultats indiquent que la précipitation (germination et une bonne partie de la croissance) des  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération se produit pendant le refroidissement à vitesse faible (c'est-à-dire, dans une gamme de températures supérieures à la température de transition).

Il est plus difficile de tirer des conclusions à partir des mesures des précipités  $\gamma'$  secondaires de 2<sup>nde</sup> génération car nous avons constaté que leur taille est étroitement liée à la largeur du couloir de matrice  $\gamma$  entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de 1<sup>ère</sup> génération dans lequel ils se trouvent. En effet, plus ce couloir est large, plus le diamètre maximal de ces précipités de 2<sup>nde</sup> génération est grand. Or, dans une zone observée sur un échantillon donné, les couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération n'ont pas tous la même largeur. Cependant, il semble que ces précipités sont plus gros lorsque la première vitesse de refroidissement est de 25°C/min que lorsqu'elle est de 40°C/min car la largeur des couloirs est en moyenne plus élevée après une première vitesse de refroidissement à 25°C/min qu'après une première vitesse de refroidissement à 40°C/min. Enfin, il semble que ces précipités se soient formés à une température inférieure à la température de transition, c'est-à-dire pendant le refroidissement à 100°C/min.

Les précipités  $\gamma'$  tertiaires ont, quant à eux, probablement précipité à la fin du refroidissement à 100°C/min, à des températures plus basses, comme c'est le cas au cours des refroidissements linéaires (*cf.* § 3.3.1).

### 3.3.3 Traitements avec palier

Au cours des travaux menés dans le cadre de la préparation de sa thèse, I. Augustins-Lecallier a constaté que l'alliage AD5 avait une résistance au fluage meilleure que tous les autres alliages (soit une vingtaine d'alliages) examinés dans l'ensemble du programme de recherche dont faisait partie son étude [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011]. Cette meilleure résistance au fluage a été attribuée à une composition chimique particulièrement bien optimisée de l'alliage AD5 associée à une microstructure originale.

La microstructure d'un superalliage  $\gamma$ - $\gamma'$  traité subsolvus présente généralement, en plus des précipités  $\gamma'$  primaires intergranulaires, une population de précipités  $\gamma'$  secondaires créés au début du refroidissement qui suit la remise en solution partielle, et une population de précipités  $\gamma'$  tertiaires, précipités à la fin de ce refroidissement. La microstructure de l'alliage AD5 est particulière, puisqu'elle présente, à l'échelle de chaque grain, une distribution multimodale de la taille des précipités  $\gamma'$  intragranulaires, autres que les  $\gamma'$  tertiaires. En effet, dans l'alliage AD5 traité subsolvus, les précipités  $\gamma'$  intragranulaires se répartissent en trois générations (voir Figure 3-21) :

- des "gros" précipités  $\gamma'$  dits "primaires" intragranulaires (Figure 3-21-b),
- les précipités  $\gamma'$  secondaires créés au cours du refroidissement après la remise en solution partielle (Figure 3-21-b),
- et les précipités  $\gamma'$  tertiaires qui apparaissent en fin de refroidissement et dont la distribution est modifiée par mûrissement d'Oswald au cours du revenu (Figure 3-21-b).

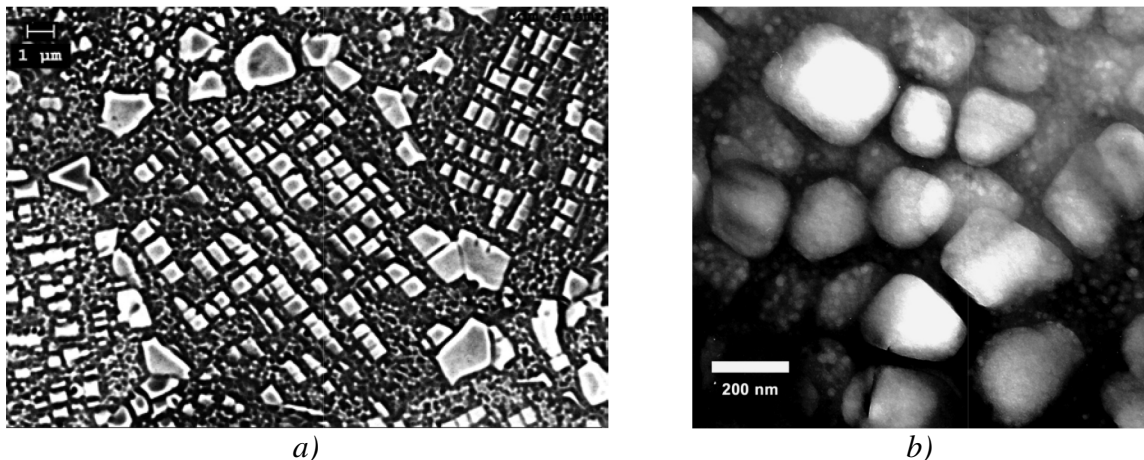


Figure 3-21 : Observations en MEB a) et en MET b) de l'alliage expérimental AD5 après traitement subsolvus pendant 4 h suivi d'un refroidissement à 140°C/min et d'un revenu à 750°C pendant 24 h [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011].

Les gros précipités  $\gamma'$  "primaires" intragranulaires se sont probablement développés au cours d'une étape antérieure au traitement de mise en solution partielle, mais postérieure à la solidification de l'alliage (ce qui, d'ailleurs, proscrirait l'utilisation du qualificatif de "primaires" pour ces gros précipités  $\gamma'$  intragranulaires). Il s'agit peut-être de précipités  $\gamma'$  qui ont précipité après l'étape de consolidation de la poudre (compaction uniaxiale suivi du filage). Quelle que soit la chronologie de leur formation, il apparaît que leur température de remise en solution est trop proche de celle des précipités  $\gamma'$  primaires intergranulaires – c'est-à-dire trop élevée – pour qu'ils soient effectivement dissous au cours du traitement de remise

en solution partielle subsolvus. Ces gros précipités  $\gamma'$  intragranulaires, de morphologie cubique, ont une taille comprise entre 0.5 et 1  $\mu\text{m}$  (alors que les précipités  $\gamma'$  intergranulaires ont des tailles dépassant 1  $\mu\text{m}$ ), et forment des alignements dans les directions  $\langle 100 \rangle$  du grain, dont résulte un "pavage" assez irrégulier de l'ensemble du grain. En effet, la répartition de ces gros  $\gamma'$  est plutôt hétérogène à l'intérieur du grain.

Les précipités  $\gamma'$  secondaires précipitent de manière homogène dans l'ensemble de la matrice  $\gamma$ , c'est-à-dire sans que se crée une zone dénudée en précipités  $\gamma'$  secondaires autour des "gros" précipités  $\gamma'$  intragranulaires. Il semble donc que la composition de la matrice  $\gamma$  à proximité de ces "gros" précipités  $\gamma'$  intragranulaires, se retrouve, suite à la remise en solution partielle, suffisamment riche en éléments  $\gamma'$ -gènes pour permettre une germination, puis une croissance de ces précipités  $\gamma'$  secondaires, au cours du refroidissement qui suit cette remise en solution partielle. Il en résulte que, dans les zones du grain où ces gros précipités  $\gamma'$  intragranulaires sont présents, la fraction volumique de précipités  $\gamma'$  est globalement plus élevée que dans les zones où ils sont absents.

La distribution des précipités  $\gamma'$  tertiaires, après revenu, est analogue à celle observée dans les microstructures sans gros précipités  $\gamma'$  intragranulaires, à la nuance près, que les couloirs entre gros précipités  $\gamma'$  intragranulaires et précipités  $\gamma'$  secondaires peuvent être suffisamment étroits pour qu'il ne s'y produise pas de germination de précipités  $\gamma'$  tertiaires, ou alors, que les germes formés dans ces couloirs se re-dissolvent pendant le revenu au bénéfice des plus gros précipités  $\gamma'$  avoisinants.

Du fait de l'hétérogénéité de la distribution des gros  $\gamma'$  dans les grains dans l'alliage AD5, les distributions des précipités  $\gamma'$  secondaires et tertiaires sont également assez hétérogènes dans les grains. On y trouve donc des zones où il n'y a que des précipités  $\gamma'$  secondaires et tertiaires. Ces zones sont séparées par des "barrières" constituées de gros précipités  $\gamma'$  intragranulaires et de précipités  $\gamma'$  secondaires, entre lesquels il ne reste que très peu de place pour des précipités  $\gamma'$  tertiaires.

Il a été supposé que cette distribution multimodale des précipités  $\gamma'$  intragranulaires confère une résistance particulièrement efficace aux mécanismes de fluage qui font intervenir le glissement des dislocations.

En effet, le mécanisme de franchissement par les dislocations est différent suivant les caractéristiques de l'obstacle qu'elles rencontrent (voir Chapitre 1, § 1.2.2). Ainsi, en fonction de la distance entre les particules et de la taille des précipités, les dislocations vont soit contourner les précipités (contournement d'Orowan [[OROWAN, 1948](#)]), soit les cisailier [[GLEITER, 1965](#)]. En fonction de la taille des précipités, et également en fonction de la largeur des couloirs entre précipités, ces mécanismes, pour pouvoir fonctionner, vont nécessiter que se produisent différents modes de dissociation et que s'assemblent différentes combinaisons de dislocations partielles, éventuellement dans plusieurs plans de glissement successifs [[MARTIN, 1980](#) ; [REPPICH, 1982](#)].

Ainsi, en fonction également de la contrainte "vue" par les dislocations, la combinaison de dislocations partielles qui a pu se créer de manière à cisailier une zone du grain présentant une organisation des précipités  $\gamma'$ , caractérisée par une certaine taille des précipités et une certaine largeur de couloirs, n'est pas nécessairement adaptée au cisaillement de la zone du grain que rencontreraient, par la suite, ces mêmes dislocations poursuivant leur "chemin". La présence de différentes populations de précipités  $\gamma'$  contraindrait alors les dislocations à se réarranger par recombinaison et / ou par réorganisation des dislocations partielles. Ceci conduit à émettre l'hypothèse qu'une précipitation hétérogène en taille de précipités  $\gamma'$  peut constituer un frein

plus efficace aux mouvements des dislocations qu'une microstructure homogène en taille de précipités  $\gamma'$  [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011].

I. Augustins-Lecallier suggère que l'obtention de cette microstructure dans l'alliage AD5 doit probablement être attribuée au procédé utilisé pour l'élaboration de l'alliage et, en particulier, au procédé de pulvérisation par la méthode de l'électrode tournante. On notera, en passant que l'alliage expérimental AD8, également étudié par I. Augustins-Lecallier, présente la même microstructure, mais montre des performances en fluage qui sont inférieures à celles de l'AD5 et supérieures à celles de tous les autres alliages du programme de recherche.

I. Augustins-Lecallier a conclu ses travaux de recherche en suggérant un traitement thermique dans le but de reproduire une microstructure proche de celle de l'alliage AD5 traité subsolvus. Le principe du traitement proposé repose sur un refroidissement comportant une remontée en température en-dessous de la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires, un tel traitement devant conduire à une précipitation hétérogène en taille de précipités  $\gamma'$ . Les tailles des différentes générations de précipités  $\gamma'$  sont fonction des vitesses de refroidissement et des temps de maintien des différentes étapes du traitement thermique pendant lesquelles ils se sont formés.

L'idée est de faire précipiter de gros précipités  $\gamma'$  secondaires lors d'un premier refroidissement assez lent, mais suffisamment rapide pour éviter de former des octocubes, puis de remonter à une température proche, mais inférieure à la température de solvus de façon à homogénéiser la composition de la matrice entre ces précipités, et enfin, de terminer par un refroidissement plus rapide pour faire germer une seconde génération de précipités  $\gamma'$  secondaires plus petits dans ces couloirs, en évitant l'apparition de zones dénudées de précipités à proximité immédiate des gros précipités  $\gamma'$  secondaires.

Sur la base de ces observations, il a été envisagé d'obtenir une microstructure particulière de l'alliage N19 présentant plusieurs générations de précipités  $\gamma'$  en jouant sur les conditions de refroidissement. Pour cela, différents chemins de refroidissement ont été étudiés. Ces chemins de refroidissement sont structurés de la façon suivante (voir schéma Figure 3-22) :

- un premier refroidissement lent [AB] depuis la température de mise en solution jusqu'à une certaine température appelée température de transition ( $T_{\text{Transition}}$ ),
- une remontée en température [BC] jusqu'à une température  $T_{\text{palier}}$ ,
- un palier [CD],
- un second refroidissement rapide.

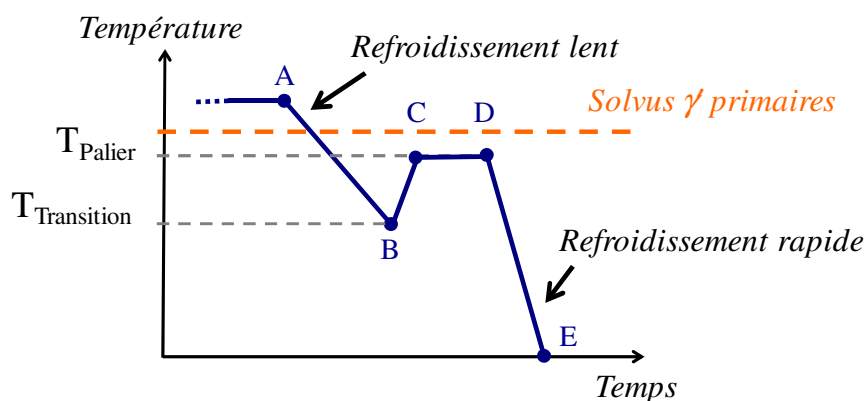


Figure 3-22 : Représentation schématique du trajet de refroidissement envisagé.

Cinq traitements thermiques ont été réalisés après une mise en solution supersolvus à 1180°C pendant 2 h. Ces traitements thermiques sont présentés en détail dans le Tableau 3-7.

Plusieurs paramètres ont été étudiés à l'aide de ces traitements thermiques :

- Trois conditions de refroidissement ont été appliquées : 10°C/min, 30°C/min et un refroidissement à deux vitesses 40°C/min jusqu'à 1110°C puis 10°C/min jusqu'à la température de transition.
- Quatre températures de palier ont été étudiées : 1050°C, 1100°C, 1115°C et 1147°C.

Pour chaque traitement thermique, la vitesse de chauffe (segment [BC] sur la Figure 3-22) est de 120°C/min jusqu'à 15°C au-dessous de la température visée, puis de 30°C/min sur les 15 derniers degrés pour éviter tout dépassement.

Échantillon	Mise en solution	Vitesse de ref. avant le palier	Température de transition	Température du palier	Dénomination du tth.
22M05-3	1180°C / 2 h	10°C/min	1050°C	1100°C / 5 min	R10 + P1100
22M05-1	1180°C / 2 h	40°C/min → 1110°C → 10°C/min	1000°C	1050°C / 3 min	R40/R10 + P1050
22M09-3	1180°C / 2 h	40°C/min → 1110°C → 10°C/min	1000°C	1147°C / 4 min	R40/R10 + P1147
22M11-3	1180°C / 2 h	40°C/min → 1110°C → 10°C/min	1000°C	1115°C / 4 min	R40/R10 + P1115
22M19-3	1180°C / 2 h	30°C/min	1000°C	1115°C / 4 min	R30 + P1115

**Tableau 3-7 : Détails des traitements thermiques comportant un refroidissement avec palier après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h).**

Tout d'abord, nous avons réalisé un premier traitement thermique comportant un refroidissement à 10°C/min jusqu'à 1050°C de manière à former des gros précipités  $\gamma'$  secondaires, puis une remontée en température jusqu'à 1100°C de manière à faire une remise solution partielle et à homogénéiser la composition de la matrice en éléments  $\gamma'$ -gènes. Puis nous avons effectué un refroidissement à 100°C/min de manière à précipiter une seconde génération de  $\gamma'$  secondaires entre ceux de la première génération. Le cycle de ce traitement thermique ainsi que les observations réalisées sur l'échantillon issu de ce traitement sont présentés Figure 3-23 et Figure 3-24.



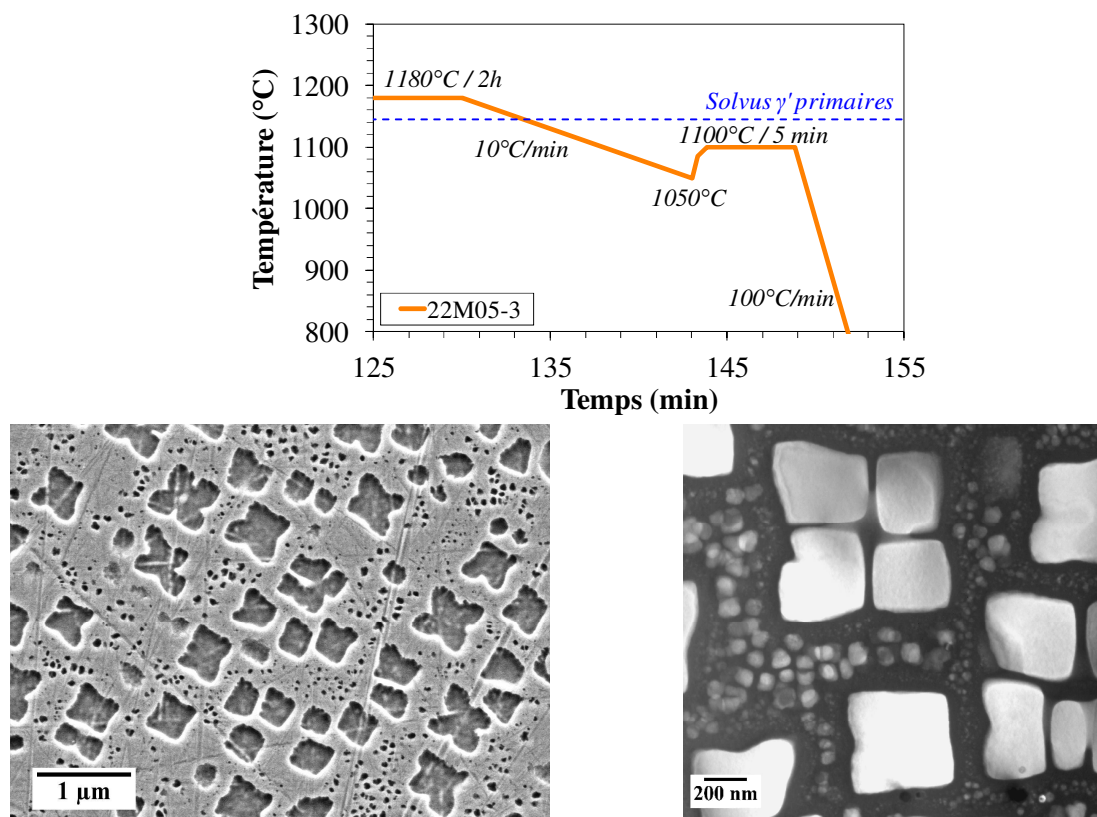


Figure 3-23 : Observations en MEB (électrons secondaires) et en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) de l'échantillon 22M05-3.

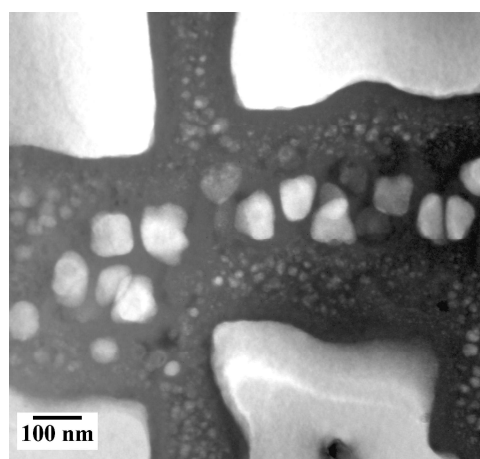


Figure 3-24 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) des précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération et des précipités  $\gamma'$  tertiaires de l'échantillon 22M05-3.

Ces observations révèlent que ce traitement a effectivement donné lieu à deux générations de précipités  $\gamma'$  secondaires et à des précipités  $\gamma'$  tertiaires. Nous distinguons :

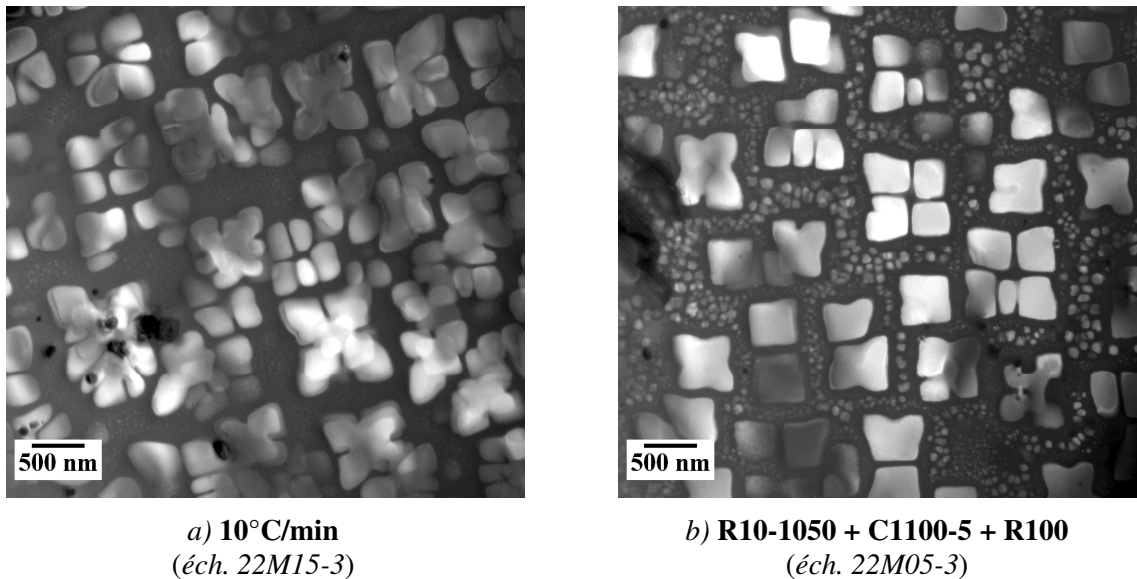
- les précipités  $\gamma'$  **secondaires de première génération**, de forme cubique à octocubique, et d'une taille comprise entre environ 400 et 650 nm. Ces précipités ont très certainement germés au cours du refroidissement depuis la température de mise en solution ;
- les précipités  $\gamma'$  **secondaires de seconde génération**, de forme sphérique et de diamètre compris entre 70 et 90 nm. Ces précipités se sont probablement formés au cours du refroidissement à 100°C/min depuis la température de palier ;
- les précipités  $\gamma'$  **tertiaires**, de forme sphérique et de diamètre maximal compris entre 15 et 35 nm. Ces précipités se sont également probablement formés au cours du refroidissement à 100°C/min depuis la température de palier, mais dans une gamme de températures plus basses.

La comparaison sur la Figure 3-25 de cette microstructure avec la microstructure issue d'une mise en solution supersolvus (également 1180°C / 2 h) suivie d'un refroidissement continu à 10°C/min révèle que :

- la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération est proche, mais inférieure à celle des précipités  $\gamma'$  secondaires après un refroidissement continu à 10°C/min ;
- la fraction volumique est plus faible qu'après un refroidissement linéaire, et la distance entre les précipités est plus grande ;
- bien que ces précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération soient gros, leur forme est plutôt régulière par rapport à ce qui a été observé après des refroidissements linéaires à 10°C/min, 25°C/min ou 50°C/min pour rester dans les mêmes dimensions (voir Figure 3-10).

Ces différences peuvent résulter, soit de l'interruption du refroidissement, provoquant ainsi une limitation de la croissance des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération, soit d'une dissolution partielle au cours de la montée en température et du palier à 1100°C. Cette seconde hypothèse est la plus vraisemblable étant donnée la morphologie de ces  $\gamma'$ , et notamment la présence aussi bien d'octocubes que de cubes plus ou moins réguliers.





**Figure 3-25 :** Comparaison des microstructures obtenues après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie a) d'un refroidissement linéaire à 10°C/min et b) d'un refroidissement à 10°C/min interrompu et suivi d'un palier à 1100°C / 5min. *Observations en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ).*

Cependant, cette microstructure présente des couloirs trop larges, entre 100 et 200 nm, entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération et ceux de seconde génération. Nous avons donc augmenté la vitesse au début du refroidissement depuis la température de mise en solution, afin de réduire cette distance, et diminué la température de palier, de manière à faire précipiter les  $\gamma'$  secondaires de seconde génération au plus près des  $\gamma'$  secondaires de première génération. Ce second traitement thermique, ainsi que les microstructures obtenues sont présentés Figure 3-26.

Dans cette microstructure, si les deux générations de précipités  $\gamma'$  secondaires sont bien visibles, il est plus difficile de distinguer les  $\gamma'$  tertiaires (diamètre maximal inférieur à 20 nm). La limite entre les tertiaires et les secondaires de seconde génération n'est pas nette, comme le montre la micrographie de la Figure 3-27.

La taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération est proche de la taille des secondaires dans une microstructure issue d'un refroidissement à 50°C/min, mais les précipités ont une forme plus cubique et paraissent moins déformés.

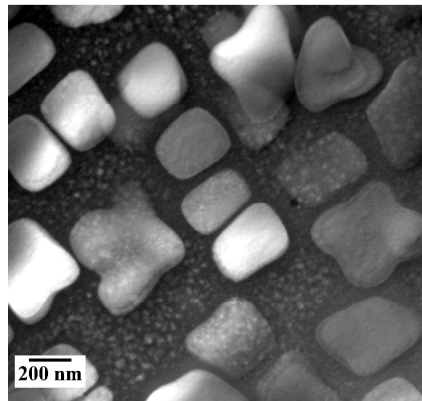
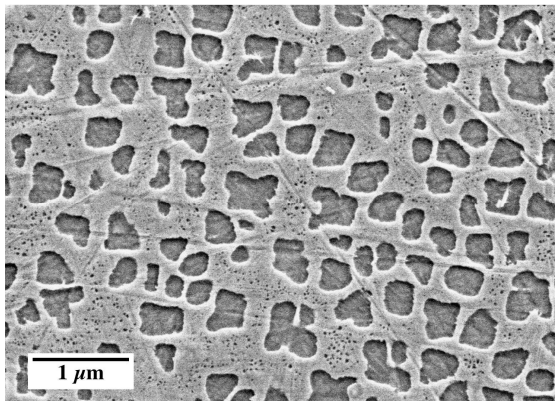
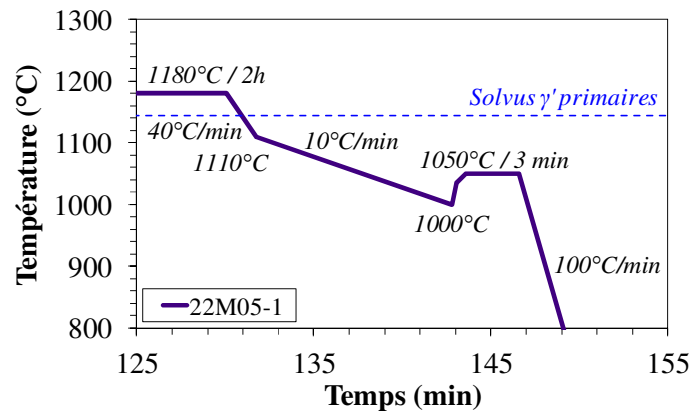


Figure 3-26 : Observations en MEB (électrons secondaires) et en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) de l'échantillon 22M05-1.

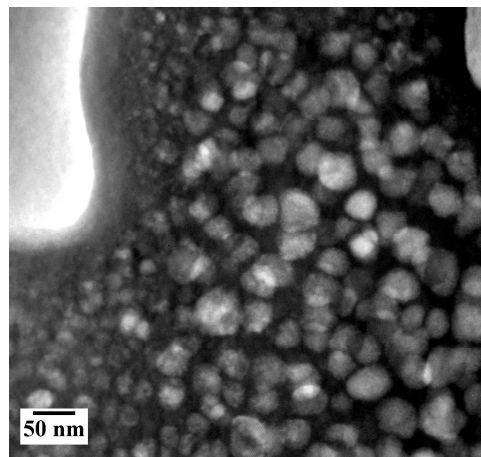


Figure 3-27 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) des précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération et des précipités  $\gamma'$  tertiaires de l'échantillon 22M05-1.

À partir de ce traitement thermique, nous avons réalisé un troisième traitement en conservant les conditions de la première partie du refroidissement, mais en augmentant la température de palier, de manière à remettre en solution une fraction volumique de  $\gamma'$  plus importante dans le but de faire précipiter des  $\gamma'$  secondaires de seconde génération plus gros. Ce troisième traitement thermique est présenté Figure 3-28.

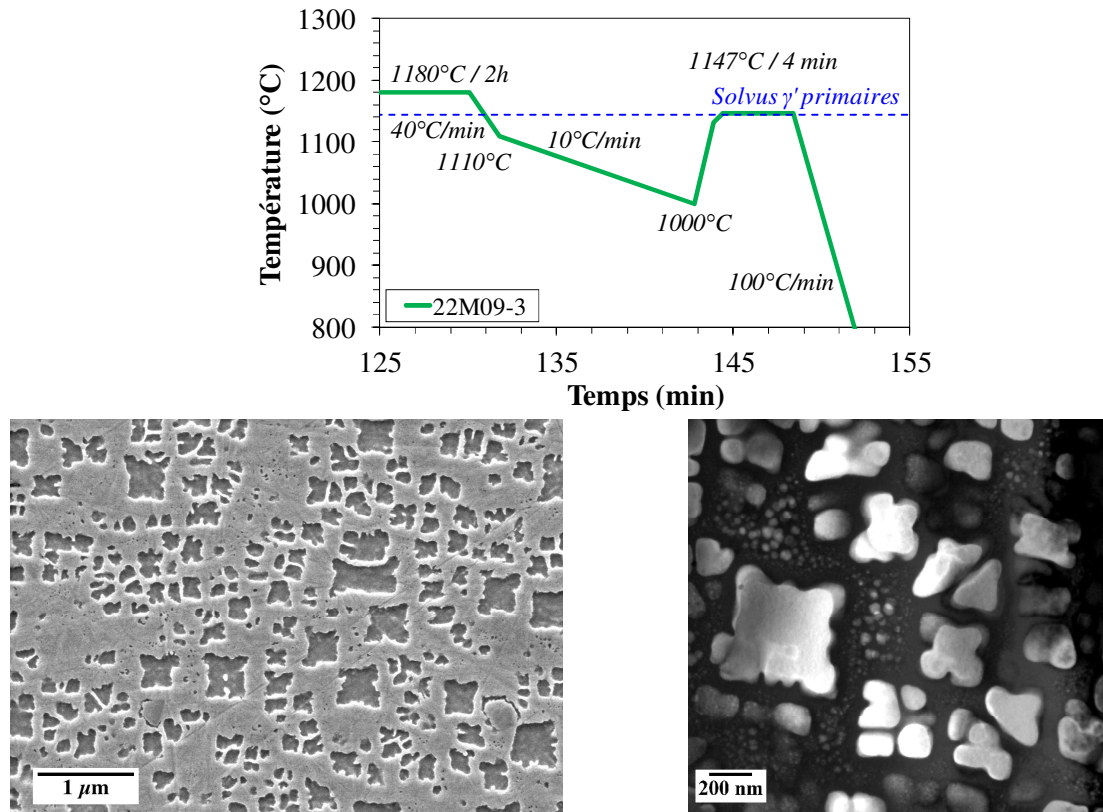
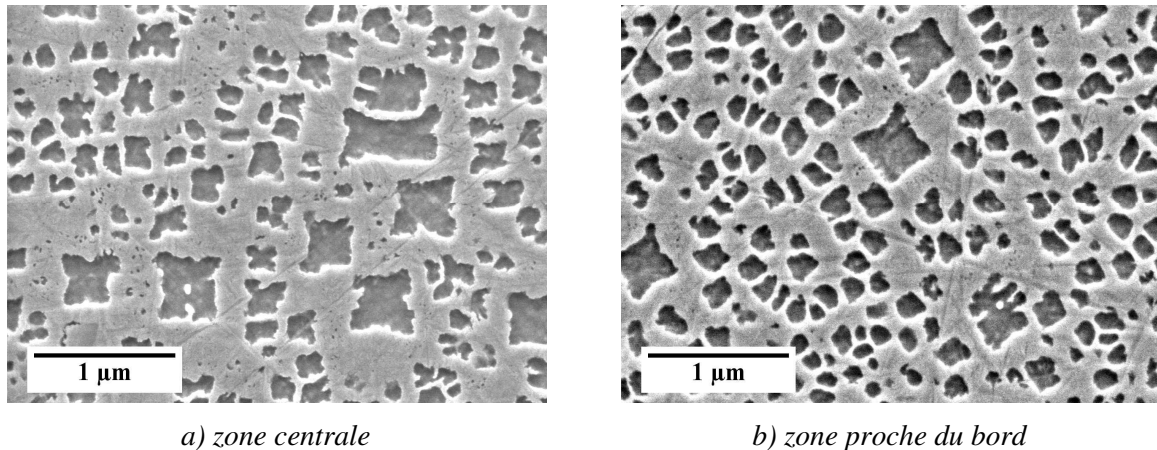


Figure 3-28 : Observations en MEB (électrons secondaires) et en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) de l'échantillon 22M09-3.

Dans cette microstructure, il a été difficile de déterminer quels étaient les précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération. En effet, on remarque la présence de très gros précipités cubiques et dentelés d'environ 480 nm d'arêtes, des précipités cubiques et dentelés de taille comprise entre 180 et 300 nm, et de fins précipités sphériques de diamètre maximal compris entre 30 et 60 nm en fonction de la largeur du couloir où ils ont été mesurés, et enfin de très fins précipités d'un diamètre maximal inférieur à 15 nm.

La température du palier, 1147°C, étant très élevée, nous supposons que les précipités cubiques et dentelés de taille moyenne d'environ 280 nm sont des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération, qui auraient précipité pendant le refroidissement depuis la température de mise en solution, et qui auraient été dissous partiellement au cours de la remontée en température et du palier à 1147°C.;

Des observations effectuées en MEB sur ce même échantillon, mais dans une autre zone de l'échantillon, ont mis en évidence un gradient de microstructure, comme le montre les micrographies de la Figure 3-29.



**Figure 3-29 : Observations en MEB (électrons secondaires) de l'échantillon 22M09-3 a) au centre, et b) au bord.**

La zone proche du bord de l'échantillon a vraisemblablement été exposée à une température légèrement supérieure à celle à laquelle a été exposée la zone centrale de l'échantillon. En effet, nous avons constaté la présence d'un gradient de la température dans les échantillons traités dans le four à lampes (*cf.* Chapitre 2 § 2.2) induisant un gradient de microstructure particulièrement visible lorsque la température de traitement est proche d'une température correspondant à un changement de phase. Dans la zone proche du bord, nous observons quelques rares gros précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération entourés par des précipités de taille comprise entre 150 et 200 nm. Ces derniers ont probablement précipité pendant le refroidissement à 100°C/min depuis la température de palier.

Ces observations nous amènent à conclure que l'hypothèse la plus vraisemblable concernant les précipités  $\gamma'$  dont la taille est comprise entre 180 et 300 nm est qu'ils regroupent, à la fois des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération partiellement remis en solution, et des précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération qui se sont formés pendant le refroidissement à 100°C/min depuis la température de palier.

Ce traitement thermique conduit à une microstructure qui se rapproche de celle visée, avec une large gamme de tailles de précipités  $\gamma'$ . Cependant, la température de palier est un peu trop proche de la température de dissolution des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération, ce qui rend, de plus, ce traitement difficile à reproduire.

Nous avons donc envisagé un quatrième et un cinquième traitement, semblables à celui-ci, mais avec une température de palier plus basse.

Les cycles de ces traitements thermiques, ainsi que les observations réalisées sur l'échantillon issu de ce traitement sont présentés Figure 3-30 et Figure 3-31.

Dans ces microstructures, trois générations de précipités  $\gamma'$  sont effectivement présentes : les  $\gamma'$  secondaires de première génération, les  $\gamma'$  secondaires de seconde génération, et les  $\gamma'$  tertiaires.

Nous constatons que les microstructures issues de ces traitements R40/R10 + P1115 et R30 + P1115 sont très similaires, notamment en ce qui concerne la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de première et de seconde générations, des précipités  $\gamma'$  tertiaires et des distances entre les différentes générations de précipités. Les deux traitements thermiques qui ont permis d'obtenir ces deux microstructures sont très proches : la température et la durée du palier sont les mêmes. La seule différence entre ces deux traitements est la vitesse de refroidissement depuis la température de mise en solution : dans un cas, ce refroidissement a été effectué de manière continue à 30°C/min jusqu'à une température de 1000°C, dans l'autre cas, le refroidissement était à deux pentes avec une vitesse de 40°C/min jusqu'à 1110°C, puis une vitesse de 10°C/min jusqu'à 1000°C. Ceci indique que le refroidissement R40/R10 ne modifie pas la microstructure de précipitation, par exemple en faisant croître davantage les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération, par rapport à un refroidissement à 30°C/min jusqu'à 1000°C lorsque qu'il y a une remontée en température suivie d'un palier de courte durée à 1115°C. La quantité de germes produite doit être à peu près la même pour ces deux conditions de refroidissement (R40-1110-R10 et R30 jusqu'à 1000°C). Il apparaît que la vitesse de croissance des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération est la même pour ces deux refroidissements, au moins au-dessus de 1000°C : les coefficients de diffusion des éléments  $\gamma'$ -gènes ne doivent pas varier beaucoup en fonction de la température dans cette gamme de températures (entre 1150°C et 1000°C).

Dans ces microstructures, les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération présentent une forme de cubes réguliers, avec une taille d'environ 400 nm, mais pouvant varier entre 280 et 570 nm. On peut suggérer que la forme cubique se produit au cours du palier. Ces traitements thermiques conduisent également à une microstructure qui se rapproche de celle visée.



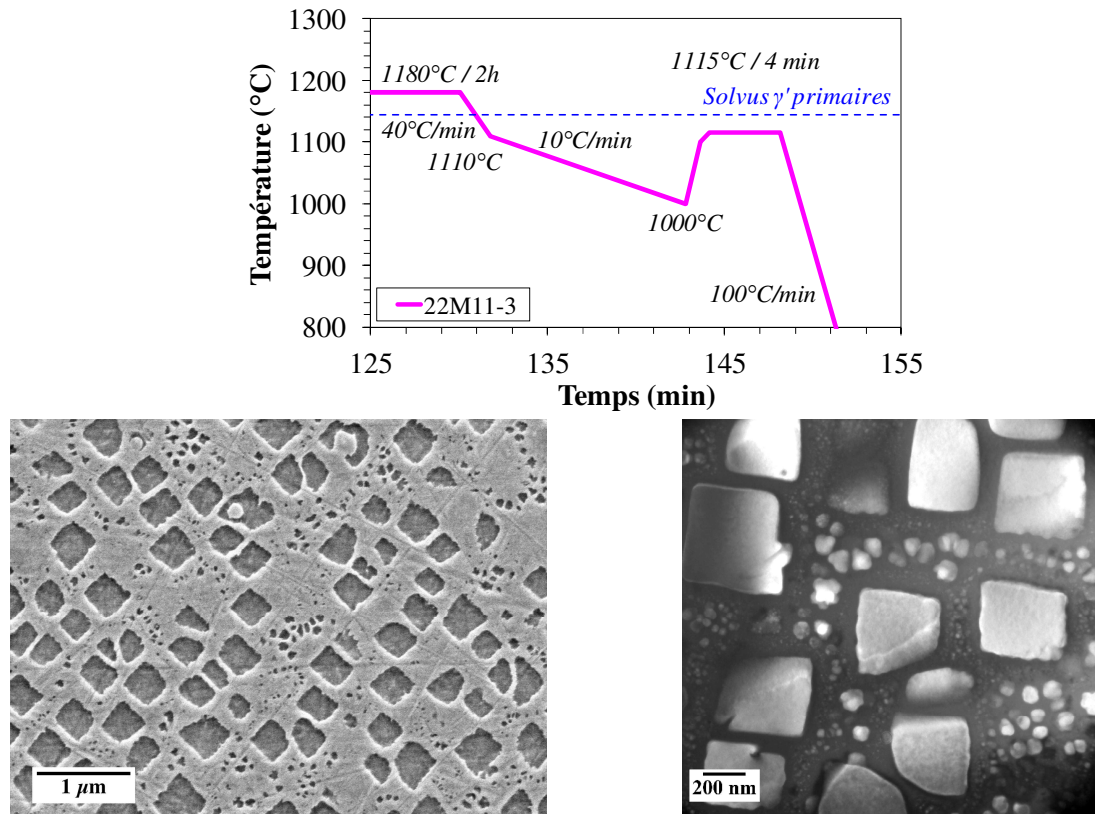


Figure 3-30 : Observations en MEB (électrons secondaires) et en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) de l'échantillon 22M11-3.

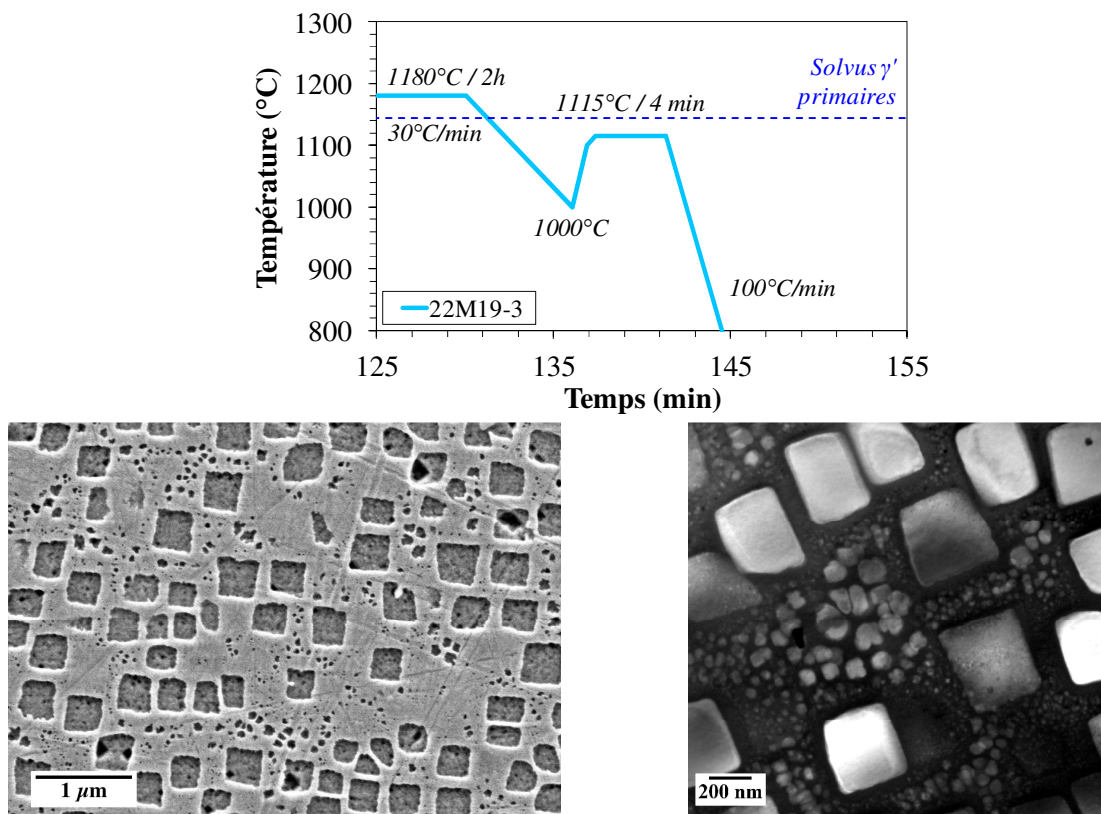
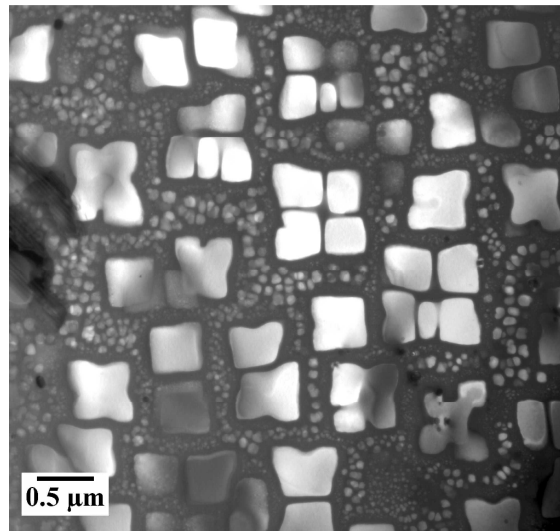
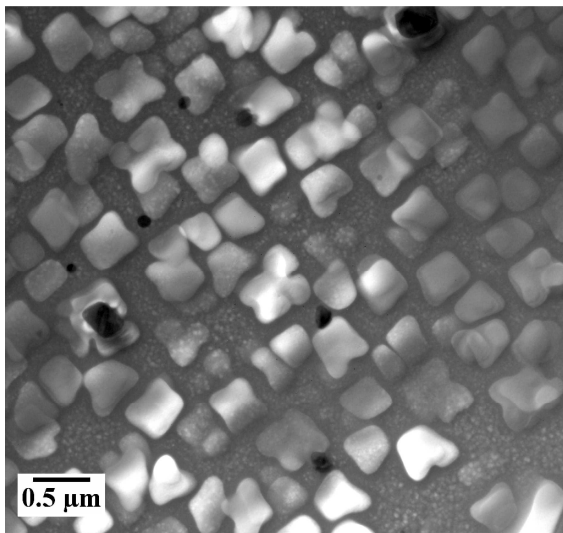


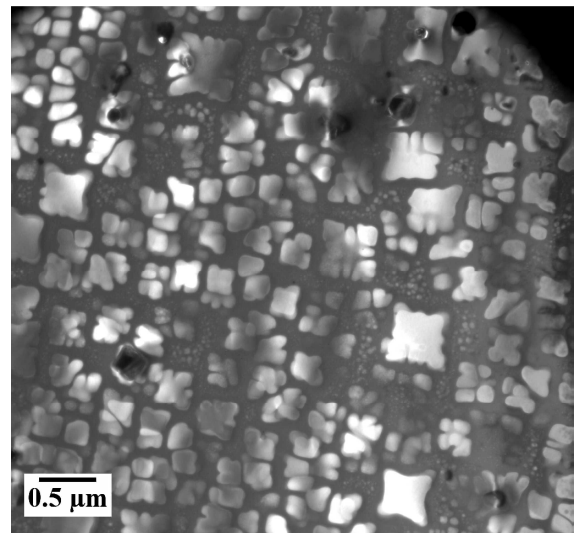
Figure 3-31 : Observations en MEB (électrons secondaires) et en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) de l'échantillon 22M19-3.



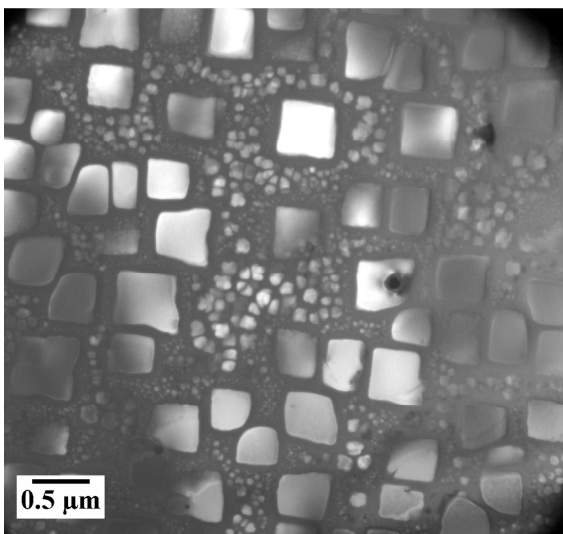
a) 22M05-3



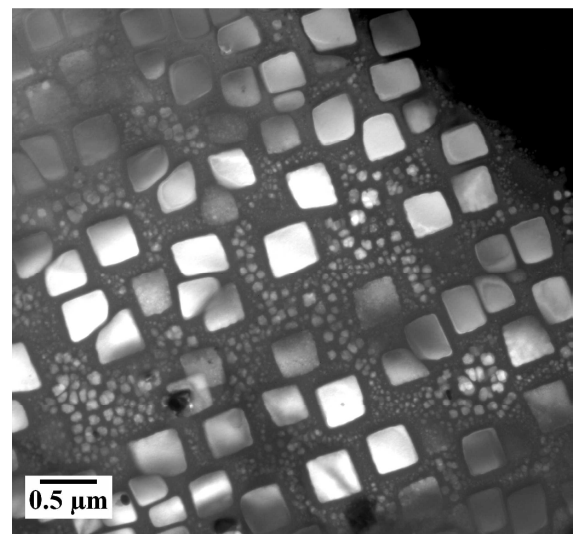
b) 22M05-1



c) 22M09-3



d) 22M11-3



e) 22M19-3

Figure 3-32 : Observations en MET des cinq microstructures issues des traitements avec palier (champ sombre sur  $g=300\ \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) après une mise en solution supersolus de 2 h à 1180°C.

Une synthèse des observations en MET de ces cinq microstructures issues des traitements avec palier est présentée Figure 3-32.

La taille des différents précipités  $\gamma'$  a été mesurée à partir des observations effectuées en MET. Ces mesures sont présentées dans le Tableau 3-8.

Réf. échantillon	Vitesse de refroidissement avant le palier	Température de transition	Température du palier	Arête des $\gamma'$ secondaires de 1 <sup>ère</sup> génération (nm)	Diamètre max. des $\gamma'$ secondaires de 2 <sup>ème</sup> génération (nm)
22M05-3	10°C/min	1050°C	1100°C / 5 min	620	70 - 90
22M05-1	40°C/min → 1110°C → 10°C/min	1000°C	1050°C / 3 min	370	20 - 50
22M09-3	40°C/min → 1110°C → 10°C/min	1000°C	1147°C / 4 min	480 ou 280	280 ou 30 - 60
22M11-3	40°C/min → 1110°C → 10°C/min	1000°C	1115°C / 4 min	410	40 - 100
22M19-3	30°C/min	1000°C	1115°C / 4 min	390	70 - 120

**Tableau 3-8 : Influence des paramètres du refroidissement sur la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de première et de seconde génération.**

Nous allons maintenant déterminer, à partir de ces observations et de ces mesures, le rôle des conditions du premier refroidissement et du palier sur la précipitation des  $\gamma'$ .

- *Conditions du premier refroidissement*

Les observations effectués sur les échantillons traités avec un refroidissement comportant un palier, ainsi que celles effectuées sur ceux traités avec un refroidissement double-pente (*cf.* § 3.3.2) indiquent que, au cours du premier refroidissement depuis la température de mise en solution, deux paramètres vont jouer un rôle sur la précipitation des  $\gamma'$  secondaires de première génération : la vitesse de refroidissement et la température de transition, qui correspond à la température de fin de ce premier refroidissement. Toutefois, nous n'avons pas choisi de réaliser des traitements permettant d'étudier l'influence de la température de transition sur la microstructure. La température de transition a été choisie suffisamment basse (1000°C ou 1050°C selon le traitement thermique considéré), de manière à ne pas influencer de manière significative sur la croissance des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération.

Bien que les températures de transition et de palier soient différentes entre le traitement R40/R10 + P1115 et le traitement R10 + P1100, nous pouvons affirmer que la vitesse de refroidissement avant le palier a un effet sur la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération. En effet, lorsque cette vitesse de refroidissement est plus faible, la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération est plus grande, et passe d'environ 400 - 500  $\mu\text{m}$  dans le cas du R40/R10 + P1115 à environ 600  $\mu\text{m}$  dans le cas du R10 + P1100.



- *Palier*

La durée des paliers est très proche, c'est pourquoi nous considérons que la durée du palier n'a pas d'influence sur la microstructure pour les traitements étudiés.

La comparaison des microstructures issues des traitements R40/R10 + P1050, R40/R10 + P1147 et R40/R10 + P1115 révèle que la température de palier a un effet à la fois sur les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération, particulièrement visible sur leur taille et sur leur morphologie, et sur les précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération.

Les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération de la microstructure R40/R10 + P1050 sont en forme de cubes irréguliers, tandis que ceux de la microstructure R40/R10 + P1115 sont en formes de cubes réguliers. La taille de ces précipités diffère peu entre ces deux microstructures, mais la fraction surfacique est un peu plus basse (environ 28 %) dans le cas de la microstructure R40/R10 + P1115 que dans le cas de la microstructure R40/R10 + P1050 (environ 33 %). De plus, la distance entre ces précipités est plus grande après le traitement R40/R10 + P1115 (160 à 200 nm) qu'après le traitement R40/R10 + P1050 (110 à 140 nm). Ces résultats confirment ce qui a été observé après le traitement R40/R10 + P1147 : au cours de la remontée en température et du palier, il se produit une dissolution partielle des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération, caractérisée par une baisse de la fraction volumique et par une augmentation de la distance entre les précipités. Plus la température de palier est élevée, plus la dissolution est importante. Cependant, la dissolution n'est pas homogène, au sens où tous les précipités  $\gamma'$  ne se dissolvent pas en même temps, comme le montrent les résultats de l'étude de Grosdidier *et al.* concernant la dissolution des précipités dans le superalliage monocristallin AM1 [GROSDIDIER, 1998]. De plus, cette dissolution s'accompagne d'un changement de morphologie. Lors du palier à 1115°C, les précipités prennent une forme cubique régulière. On retrouve également cette morphologie cubique régulière dans l'alliage 10 après une étape de remise en solution partielle suivant une mise en solution supersolvus [TELESMAN, 2004] (voir Figure 3-33).

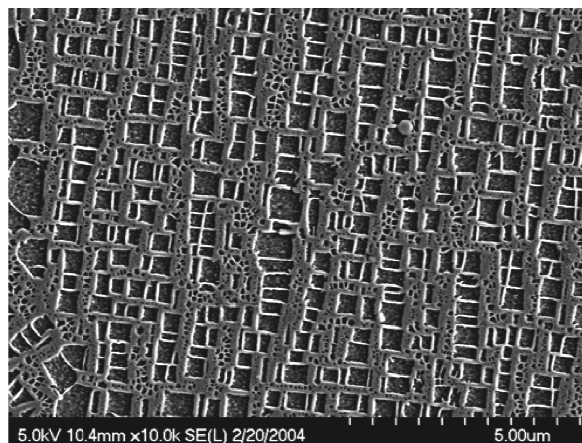


Figure 3-33 : Observations en MEB des  $\gamma'$  secondaires après dissolution partielle dans l'alliage 10 après mise en solution supersolvus 1199°C/1h puis ref. air 183°C/min + remise en solution 1149°C/1h et revenu 760°C/16h [TELESMAN, 2004] .

Les précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération sont eux-aussi sensibles à la température de palier. Après le traitement R40/R10 + P1115, ces précipités sont plus gros (40 à 100 nm) qu'après le traitement R40/R10 + P1050 (30 à 50 nm). Il semble donc que plus la température de palier est élevée, plus le diamètre des précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération est gros. Telesman *et al.* ont également montré que la taille des petits  $\gamma'$  secondaires dépend de la température de remise en solution suivant une mise en solution supersolvus et un refroidissement [TELESMAN, 2004]. Le cas du traitement R40/R10 + P1147 est un peu plus délicat à traiter. Si l'on considère que parmi les précipités qui ont une taille comprise entre 180 et 280 nm, il y a des précipités  $\gamma'$  secondaires à la fois de première et de seconde génération, alors cela confirme que plus la température de palier est élevée, plus la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération est grande.

Même si l'influence de la durée du palier sur ces précipités  $\gamma'$  secondaires de première et de seconde générations n'a pas été étudiée, il est très probable que ce paramètre ait un effet sur la distribution de ces précipités.

Enfin, nous n'avons pas constaté de différence de taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires entre les cinq microstructures.

Pour conclure, si ces traitements thermiques avec palier de ré-homogénéisation permettent bien de faire précipiter deux populations de précipités  $\gamma'$  secondaires et des  $\gamma'$  tertiaires, les couloirs entre les secondaires de première et de seconde génération sont relativement larges. Il est donc nécessaire d'optimiser la distribution des précipités  $\gamma'$  tertiaires en jouant sur les paramètres de traitement de revenu. Cette optimisation n'a cependant pas pu être intégrée à cette étude.

Par ailleurs, les observations microstructurales ont révélé que les zones dénudées de  $\gamma'$  (autour des précipités  $\gamma'$  secondaires) et les zones comportant uniquement des  $\gamma'$  tertiaires semblent trop importantes, et de ce fait, il est difficile d'obtenir une microstructure aussi satisfaisante que celle obtenue avec l'alliage AD5, essentiellement car la fraction de  $\gamma'$  est plus faible dans l'alliage N19.

### 3.4 Influence du traitement de revenu

Le traitement de revenu est utilisé dans le but de faire croître les  $\gamma'$  tertiaires qui ont précipité en fin de refroidissement et d'homogénéiser leur taille.

Cinq températures de revenu, comprises entre 700°C et 825°C, ont été étudiées après trois conditions de mise en solution et de refroidissement :

- une mise en solution subsolvus (1120°C / 4 h) suivie d'un refroidissement à 100°C/min,
- une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie d'un refroidissement à 100°C/min,
- une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie d'un refroidissement double pente (refroidissement 25°C/min jusqu'à 1080°C puis refroidissement 100°C/min). Ces conditions de refroidissement double-pente ont été retenues pour être étudiées après revenu car la microstructure obtenue présente deux générations de précipités  $\gamma'$  secondaires.

Des temps de maintien de 8 h ont été appliqués pour chacune des températures de revenu étudiées.

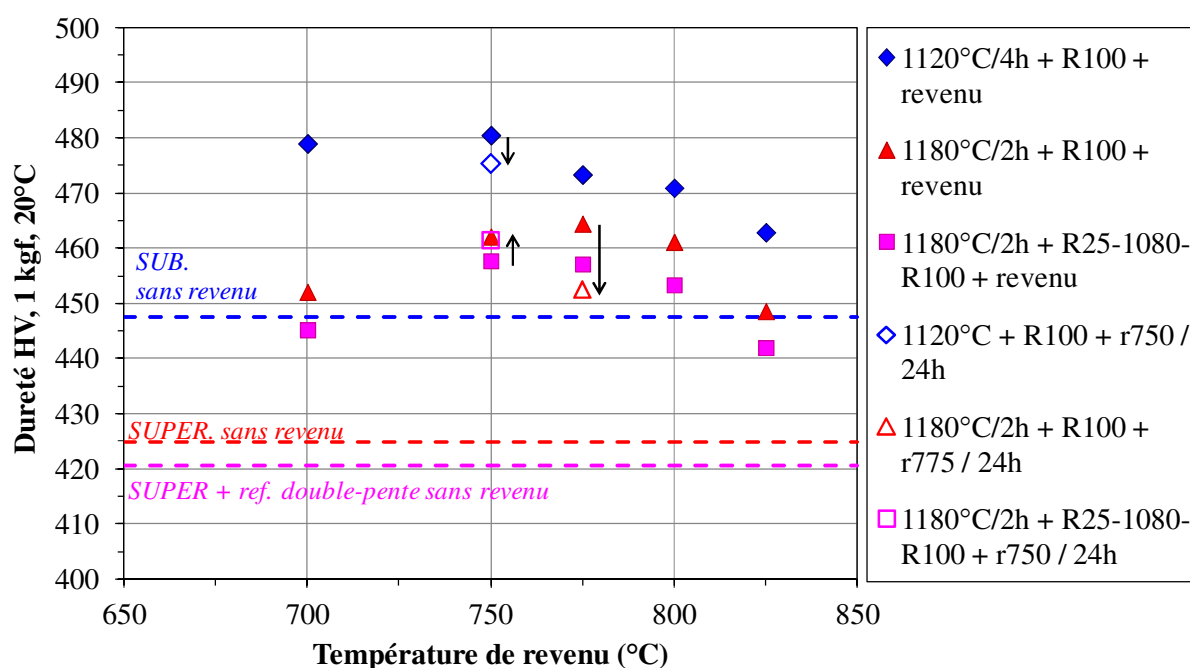
Le détail de ces traitements thermiques complets est donné dans le Tableau 3-9.

Mise en solution	Refroidissement	Revenu
1120°C / 4 h	100°C/min	700°C / 8 h
		750°C / 8 h
		750°C / 24 h
		775°C / 8 h
		800°C / 8 h
		825°C / 8 h
1180°C / 2 h	100°C/min	700°C / 8 h
		750°C / 8 h
		775°C / 8 h
		775°C / 24 h
		800°C / 8 h
		825°C / 8 h
1180°C / 2 h	25°C/min jusqu'à 1080°C puis 100°C/min	700°C / 8 h
		750°C / 8 h
		750°C / 24 h
		775°C / 8 h
		800°C / 8 h
		825°C / 8 h

**Tableau 3-9 : Détails des conditions de revenu étudiées en fonction des traitements de mise en solution.**

Les températures de revenu ont été choisies supérieures à la température maximale atteinte en service dans les parties chaudes du disque de turbine HP (environ 650°C), mais pas trop élevées pour ne pas remettre complètement en solution les précipités  $\gamma'$  tertiaires.

Des temps de maintien de 24 h ont également été appliqués pour les températures de revenu conduisant à un pic de dureté. Afin de déterminer les températures correspondant au pic de dureté, des mesures de dureté Vickers, sous une charge de 1 kgf (10 N) à 20°C, ont été effectuées par l'ONERA [ONERA, 2012] sur des échantillons qui ont été préalablement mis en solution puis refroidis selon l'un des trois traitements de mise en solution retenus (subsolvus + ref. 100°C/min, supersolvus + ref. 100°C/min, supersolvus + ref. double-pente), puis qui ont subi des revenus de 8 h à cinq températures différentes, comprises entre 700°C et 825°C. L'évolution de la dureté en fonction des traitements de revenu et des conditions de mise en solution est présentée Figure 3-34.



**Figure 3-34 : Évolution de la dureté Vickers en fonction de la température de revenu (traitement de 8 h) après trois traitements de mise en solution et de refroidissement. Résultats ONERA, [ONERA, 2012].**

La température de revenu conduisant à un pic de dureté varie en fonction de la mise en solution et du refroidissement considéré : ainsi, le pic de dureté a été mesuré à 750°C, après un revenu de 8h, dans le cas des microstructures issues de la mise en solution subsolvus (1120°C / 4 h) suivie d'un refroidissement à 100°C/min et de la mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie d'un refroidissement double-pente (R25-1080-R100) ; par contre, après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie d'un refroidissement à 100°C/min, le pic de dureté a été mesuré à 775°C, après un revenu de 8 h.

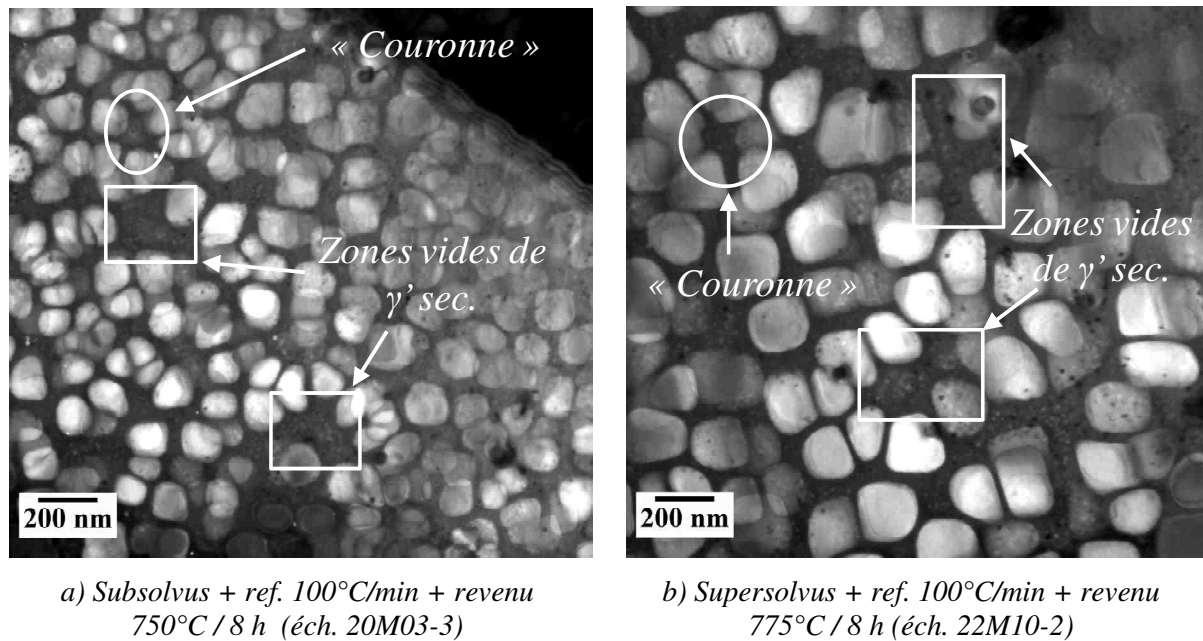
La caractérisation des différentes microstructures obtenues à partir de ces traitements thermiques a été effectuée en microscopie électronique en transmission (cf. Chapitre 2 § 2.3.3.2.2).

Les microstructures obtenues peuvent être séparées en deux catégories :

- les microstructures issues d'un traitement thermique comprenant une étape de refroidissement à 100°C/min et qui présentent une population de précipités  $\gamma'$  secondaires et des précipités  $\gamma'$  tertiaires ;
- les microstructures issues d'un traitement thermique comprenant un refroidissement double-pente et qui présentent deux populations de précipités  $\gamma'$  secondaires et des précipités  $\gamma'$  tertiaires.

### 3.4.1 Après un refroidissement à 100°C/min

Les observations en MET de la Figure 3-35 montrent que, aussi bien dans le cas de la mise en solution subsolvus (1180°C / 2 h) que subsolvus (1120°C / 4 h), il coexiste des zones où les  $\gamma'$  secondaires sont alignés selon deux directions de type  $\langle 100 \rangle$ , des zones où les  $\gamma'$  secondaires forment des « couronnes », et où ils ne sont plus alignés selon ces deux directions  $\langle 100 \rangle$ , et des zones vides de  $\gamma'$  secondaires.



**Figure 3-35 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) de la distribution des  $\gamma'$  secondaires a) après une mise en solution subsolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min et d'un revenu à 750°C pendant 8 h, et b) après une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min et d'un revenu à 775°C pendant 8 h.**

Cette distribution est relativement hétérogène des  $\gamma'$  secondaires, en comparaison avec l'alliage N18 par exemple, et peut être la conséquence de la fraction volumique de  $\gamma'$  qui est plus faible dans l'alliage N19 (43 %) que dans l'alliage N18 (55 %).

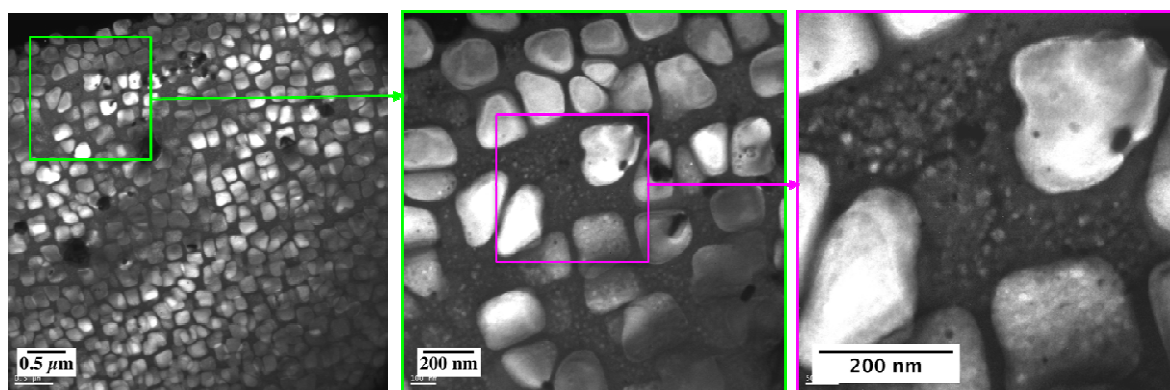
La taille des précipités  $\gamma'$  secondaires dépend de la température de mise en solution et de la vitesse de refroidissement. Après les deux traitements de mise en solution, la vitesse de refroidissement choisie est de 100°C/min. La taille des précipités  $\gamma'$  secondaires est d'environ 130 nm après la mise en solution subsolvus, et d'environ 200 nm après la mise en solution supersolvus.

Les couloirs entre les  $\gamma'$  secondaires sont étroits. Leur largeur est dépendante de la température de mise en solution et de la vitesse de refroidissement. Ainsi, les couloirs sont plus étroits dans les microstructures issues des traitements subsolvus (1120°C / 4 h), entre 20 et 100 nm, que dans les microstructures supersolvus (1180°C / 2 h), entre 30 et 200 nm.

La température et la durée du revenu n'entraînent de modification, ni de la largeur des couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires, ni de la taille de ces précipités.

Ces résultats correspondent aux observations effectuées par Raujol sur l'alliage NR3 [RAUJOL, 2004] et par Gabb *et al.* sur l'alliage LSHR [GABB, 2008] qui ne constatent pas d'effet du traitement de revenu sur la taille des  $\gamma'$  secondaires. Par contre, Wlodek *et al.* ont constaté une légère croissance des  $\gamma'$  secondaires dans l'alliage René88 au cours du revenu [WLODEK, 1996]. Cependant, les températures de revenu et les temps de revenu qu'ils ont utilisés étaient plus élevés.

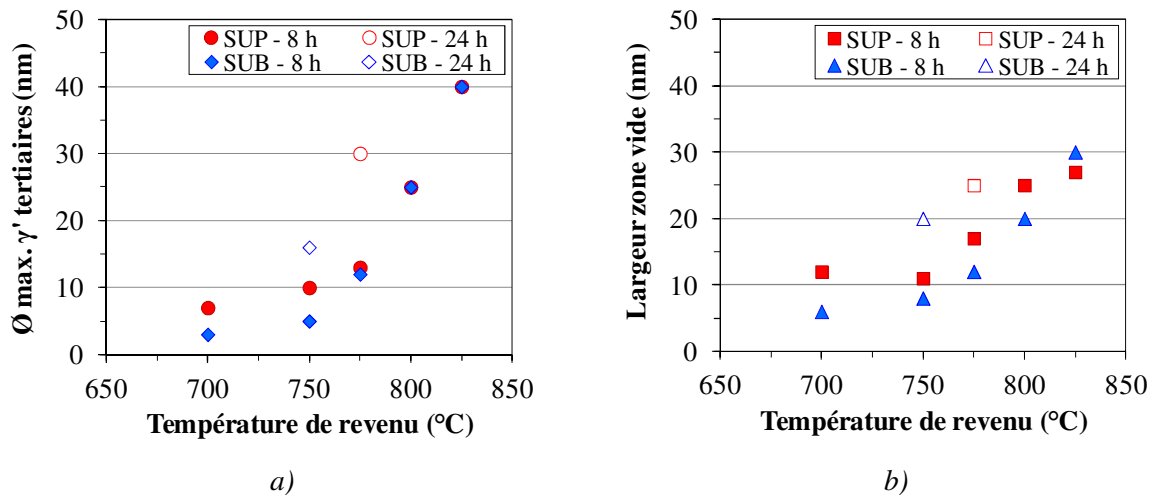
Étant donnée la faible largeur de la plupart des couloirs entre les  $\gamma'$  secondaires, la présence des  $\gamma'$  tertiaires semble être limitée aux couloirs les plus larges et aux zones dépourvues de  $\gamma'$  secondaires (voir Figure 3-36). La taille des  $\gamma'$  tertiaires est étroitement liée à la largeur des couloirs dans lesquels ils se trouvent : pour une température de revenu donnée, la taille des  $\gamma'$  tertiaires est d'autant plus grande que le couloir considéré est large.



**Figure 3-36 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) après une mise en solution supersolvus 1180°C / 2 h + R100 + r775°C / 8 h.**

Dans les zones où il y a des  $\gamma'$  tertiaires, l'augmentation de la température de revenu entraîne une croissance de ces  $\gamma'$  tertiaires, qui est accompagnée d'une diminution de leur nombre, comme le montrent les micrographies de la Figure 3-38 dans le cas d'un traitement subsolvus (1120°C / 4 h + ref. 100°C/min), et comme le montrent les micrographies de la Figure 3-39 dans le cas d'un traitement supersolvus (1180°C / 2 h + ref. 100°C/min).

Le diamètre des précipités  $\gamma'$  tertiaires a été mesuré à partir des micrographies réalisées en MET sur les échantillons traités avec une mise en solution supersolvus ou subsolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min et d'un revenu. Seul un diamètre maximal est donné dans le cas des précipités  $\gamma'$  tertiaires parce qu'il y a toujours des précipités  $\gamma'$  tertiaires en cours de dissolution, donc dont la taille minimale tend vers zéro. On peut considérer que ce diamètre maximal reste représentatif des caractéristiques de cette microstructure de  $\gamma'$  tertiaires. Les graphiques représentant l'évolution du diamètre maximal des  $\gamma'$  tertiaires en fonction des conditions de mise en solution et de revenu sont présentés Figure 3-37-a.



**Figure 3-37 :** a) Évolution du diamètre maximal des précipités  $\gamma'$  tertiaires et b) évolution de la largeur de zone vide, en fonction des conditions de revenu et de mise en solution, après une mise en solution suivie d'un refroidissement à  $100^\circ\text{C/min}$ .

Dans le cas des microstructures traitées subsolvus, la taille maximale des  $\gamma'$  tertiaires passe de quelques nanomètres après un revenu de 8 h à  $700^\circ\text{C}$  à environ 40 nm après un revenu de 8 h à  $825^\circ\text{C}$ .

Dans le cas des microstructures traitées supersolvus, la taille maximale des  $\gamma'$  tertiaires passe d'environ 5 nm après un revenu de 8 h à  $700^\circ\text{C}$  à environ 40 nm après un revenu de 8 h à  $825^\circ\text{C}$ .

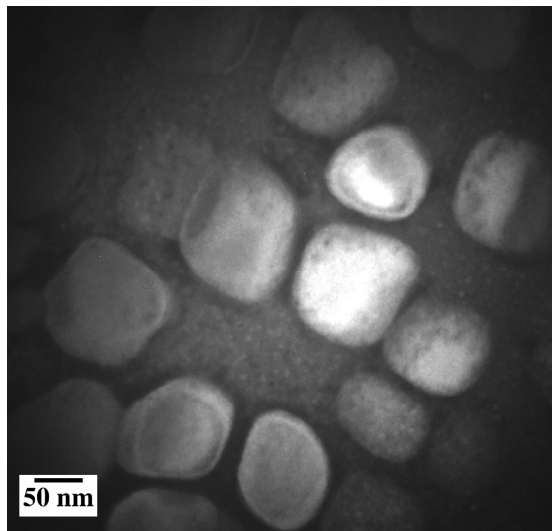
Après les revenus à  $825^\circ\text{C}$  pendant 8 h, les  $\gamma'$  tertiaires sont rares et ne subsistent que dans les couloirs les plus larges. Il semble que le nombre de précipités  $\gamma'$  tertiaires par unité de volume soit plus faible après un revenu à  $825^\circ\text{C}$  pendant 8 h après une mise en solution subsolvus qu'après une mise en solution supersolvus.

Pour les mêmes conditions de mise en solution et la même température de revenu, le diamètre des précipités  $\gamma'$  tertiaires augmente lorsque la durée de revenu augmente de 8 h à 24 h.

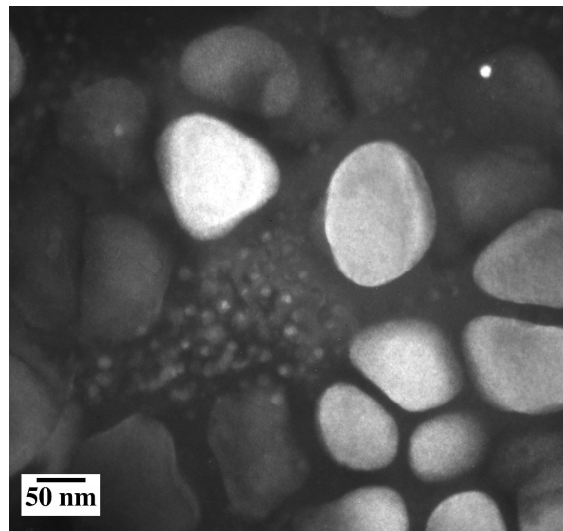
Ces observations montrent que le traitement de revenu permet de faire croître et de faire mûrir les précipités  $\gamma'$  tertiaires. Les conditions de revenu influent sur la fraction volumique et la taille des  $\gamma'$  tertiaires car il entre en jeu un facteur de diffusion qui dépend du temps et de la température.

On suppose également que la composition de la matrice  $\gamma$  est modifiée par le traitement de revenu.

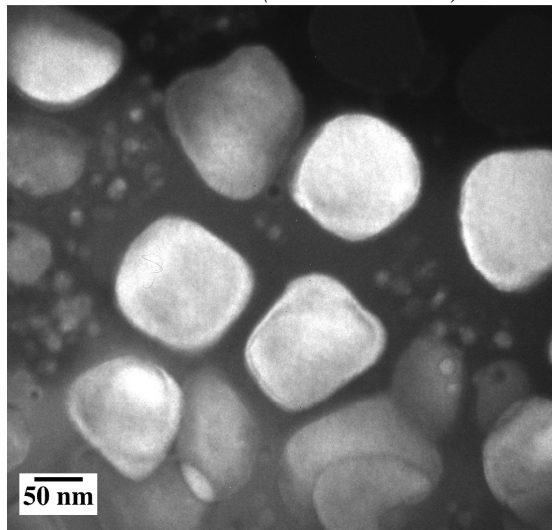




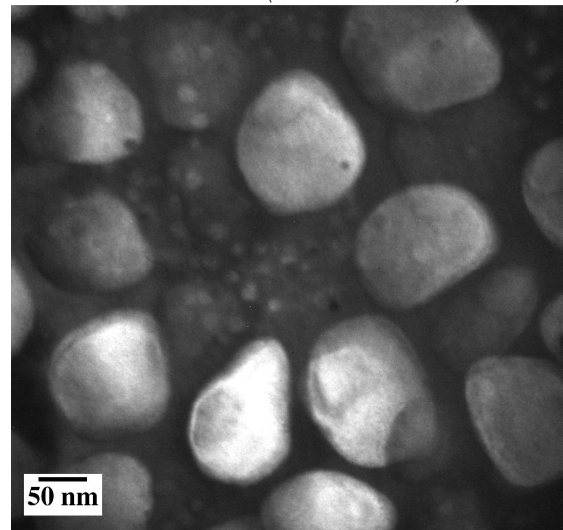
700°C / 8 h (éch. 20M03-2)



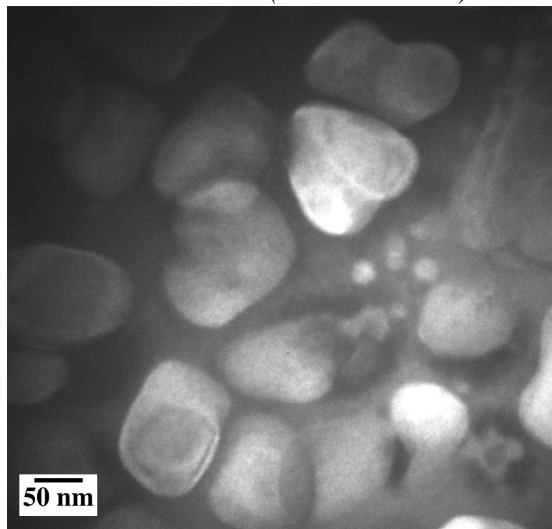
750°C / 8 h (éch. 20M03-3)



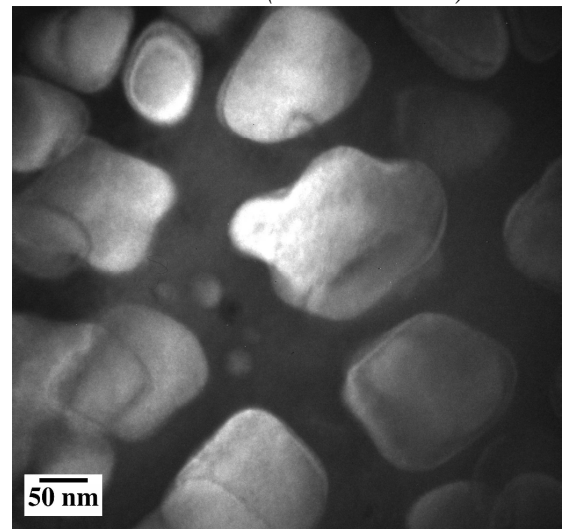
750°C / 24 h (éch. 20M03-1)



775°C / 8 h (éch. 20M07-3)



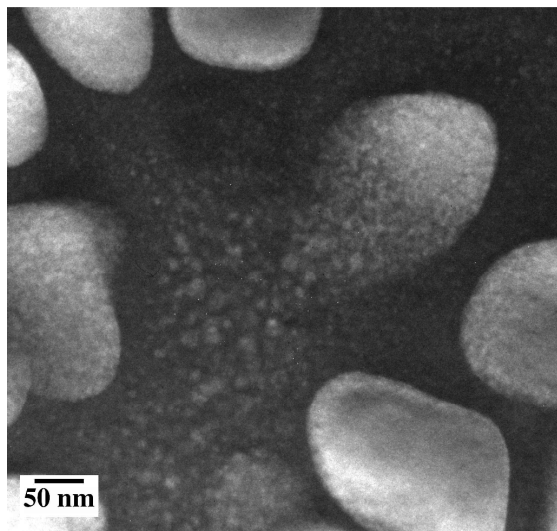
800°C / 8 h (éch. 20M02-1)



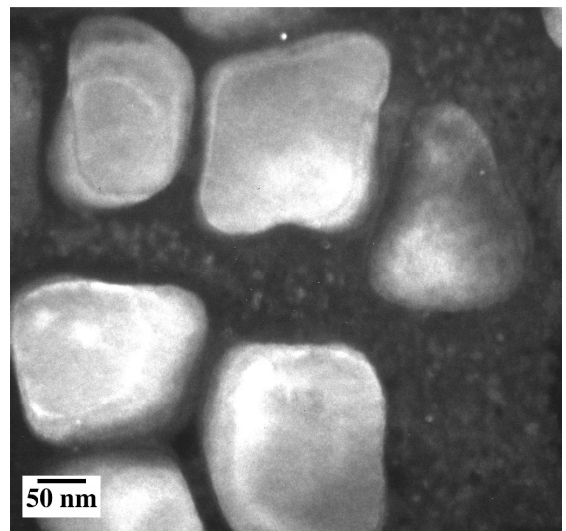
825°C / 8 h (éch. 20M07-1)

Figure 3-38 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300\gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) après une mise en solution subsolvus, 1120°C / 4 h + ref. 100°C/min montrant la croissance des  $\gamma'$  tertiaires avec la température et la durée du revenu.

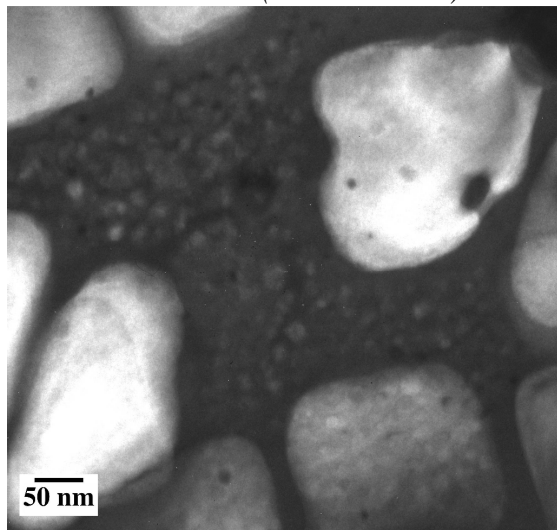




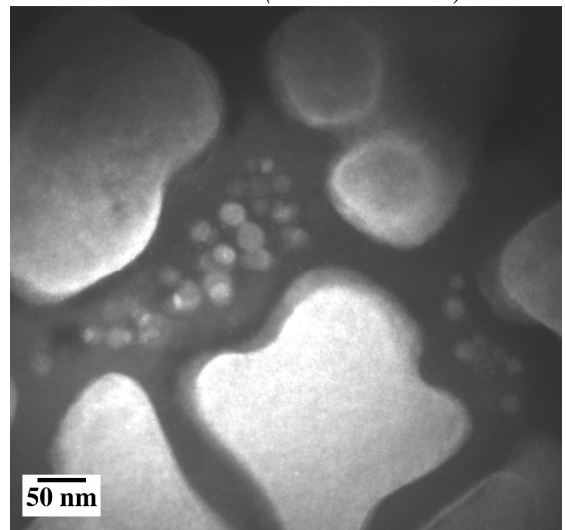
700°C / 8 h (éch. 22M06-2)



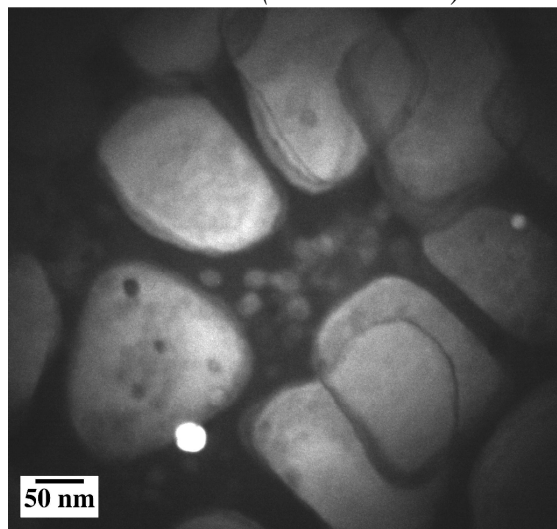
750°C / 8 h (éch. 22M08-2)



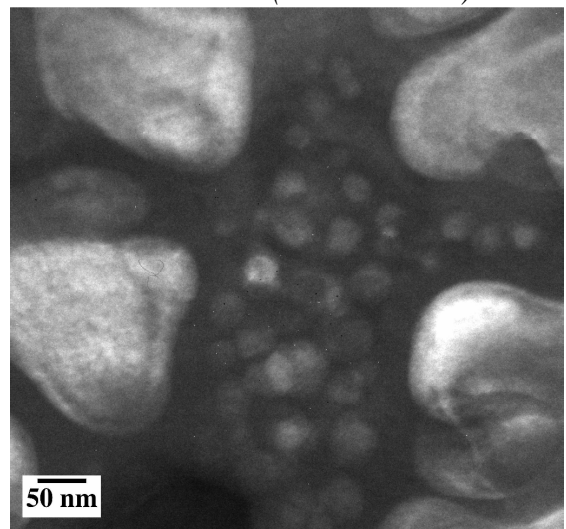
775°C / 8 h (éch. 22M10-2)



775°C / 24 h (éch. 22M02-2)



800°C / 8 h (éch. 22M12-1)



825°C / 8 h (éch. 22M14-1)

Figure 3-39 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300\ \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) après une mise en solution supersolvus, 1180°C / 2 h + ref. 100°C/min montrant la croissance des  $\gamma'$  tertiaires avec la température et la durée du revenu.

Des zones vides de  $\gamma'$  sont observées entre les  $\gamma'$  secondaires et les  $\gamma'$  tertiaires (voir Figure 2-11, Chapitre 2, § 2.3.3.2.2). La largeur de ces zones vides augmente avec la température de revenu, comme le montre la Figure 3-37-b. Elle varie entre 10 nm pour la température de revenu la plus basse (700°C / 8 h) et 30 nm pour la température de revenu la plus élevée (825°C / 8 h), et peut même atteindre la largeur du couloir entre les  $\gamma'$  secondaires dans les couloirs où les  $\gamma'$  tertiaires ont été complètement remis en solution. De la même façon que pour la taille des  $\gamma'$  tertiaires, la largeur de ces zones dépend de la largeur du couloir considéré.

### 3.4.2 Après un refroidissement double-pente

Après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie d'un refroidissement double-pente (R25-1080-R100), trois types de précipités  $\gamma'$  sont observés :

- Des gros  $\gamma'$  secondaires de « première génération » en forme d'octocube qui ont précipité pendant la première partie du refroidissement (refroidissement à 25°C/min),
- Des petits  $\gamma'$  secondaires de « seconde génération » de forme sphérique dont la germination s'est produite au début de la deuxième partie du refroidissement (refroidissement à 100°C/min),
- Des  $\gamma'$  tertiaires très fins et de forme sphérique qui ont aussi précipité pendant la deuxième partie du refroidissement, mais ont germé à une température déjà basse.

Il est cependant assez difficile de faire la distinction entre les plus petits précipités  $\gamma'$  secondaires de « seconde génération » et les plus gros précipités  $\gamma'$  tertiaires, et ceci, d'autant plus que la température de revenu est élevée ou que la durée du revenu est longue (traitement de 24 h).

Contrairement aux microstructures issues des traitements avec une mise en solution, subsolvus ou supersolvus, suivie d'un refroidissement mono-pente à 100°C/min, les couloirs entre les  $\gamma'$  secondaires de « première génération » sont beaucoup plus larges (entre 70 et 500 nm), et le « pavage » constitué par ces précipités est plus régulier. La présence des  $\gamma'$  tertiaires est donc moins sporadique que dans les microstructures issues des traitements de mise en solution subsolvus et supersolvus suivies d'un refroidissement à 100°C/min (Figure 3-40).

De même que pour les microstructures issues des traitements subsolvus et supersolvus suivis d'un refroidissement à 100°C/min, la température de revenu n'a d'effet, ni sur la taille des  $\gamma'$  secondaires de première génération en forme d'octocube (environ 500 nm), ni sur la distance entre ces précipités.

La taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires augmente et leur nombre diminue avec la température de revenu comme le montrent le graphique a) de la Figure 3-41 et les observations en microscopie électronique en transmission présentées Figure 3-42.

La largeur des zones vides de précipités  $\gamma'$  augmente avec la température de revenu comme le montre le graphique b) de la Figure 3-41.

Contrairement aux précipités  $\gamma'$  tertiaires, les précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération ne semblent pas croître significativement avec la température de revenu. La taille de ces précipités est comprise entre 60 nm et 70 nm.

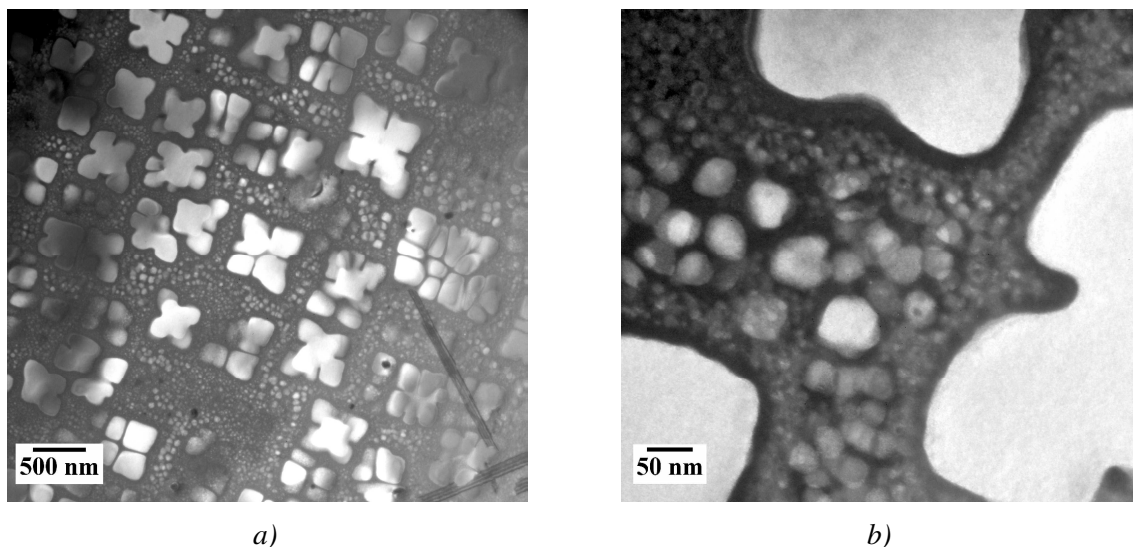


Figure 3-40 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300\ \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) après une mise en solution supersolvus ( $1180^\circ\text{C}/2\text{h}$ ) suivie d'un refroidissement double-pente (R25-1080-R100) et d'un revenu  $750^\circ\text{C}/8\text{h}$  (échantillon 22M16-2).

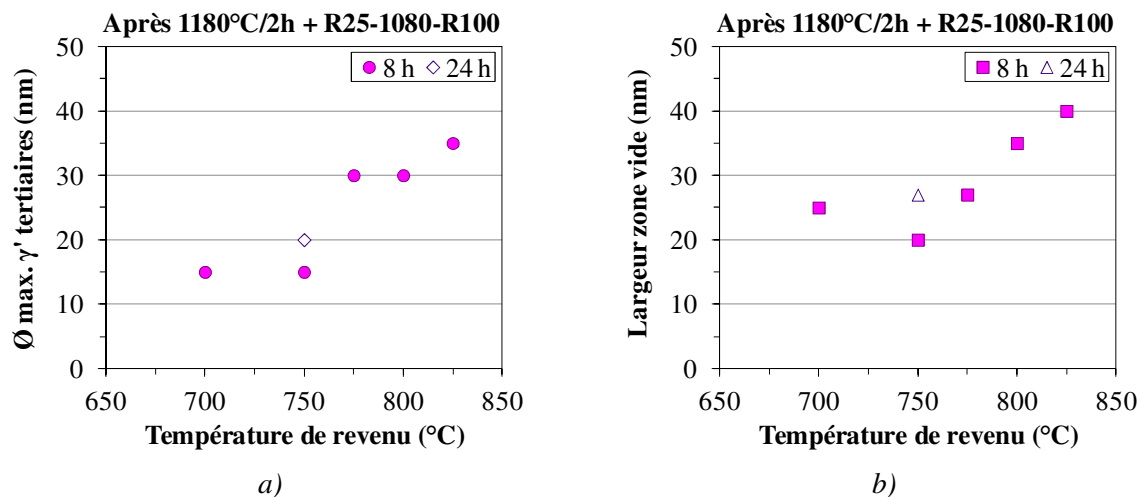
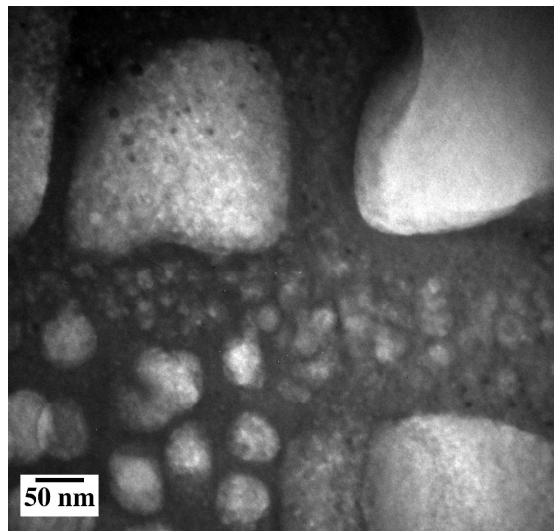
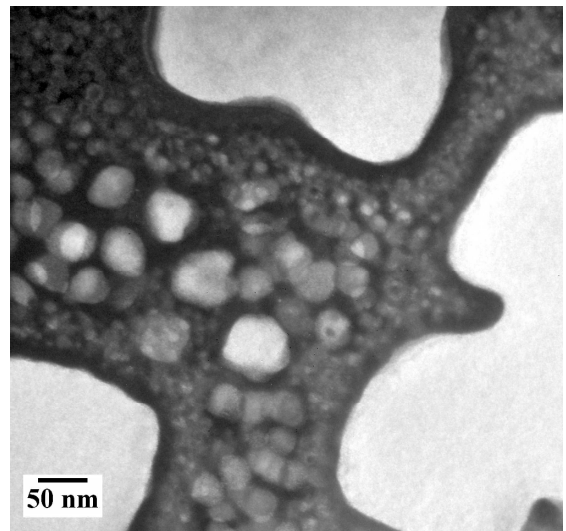


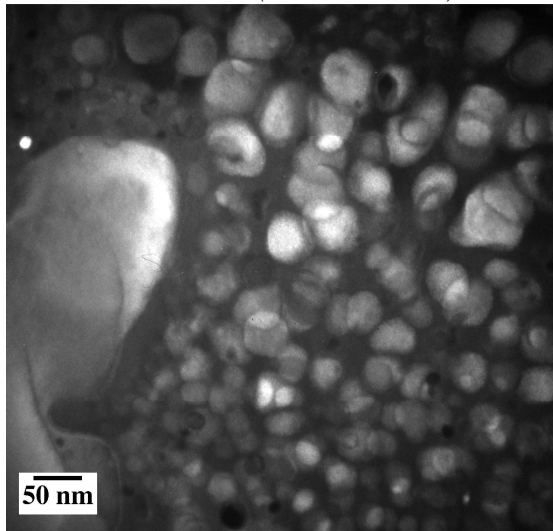
Figure 3-41 : Variation de la taille des  $\gamma'$  tertiaires et de la largeur des zones vides de  $\gamma'$  en fonction des conditions de revenu après une mise en solution supersolvus ( $1180^\circ\text{C} / 2\text{ h}$ ) suivie d'un refroidissement double-pente (R25-1080-R100).



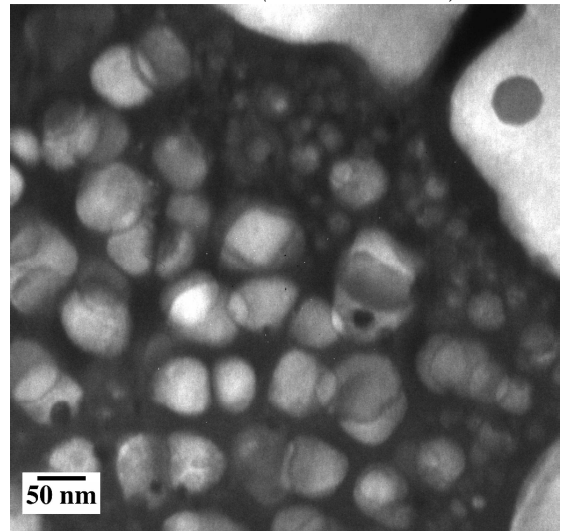
700°C / 8h (éch. 22M16-1)



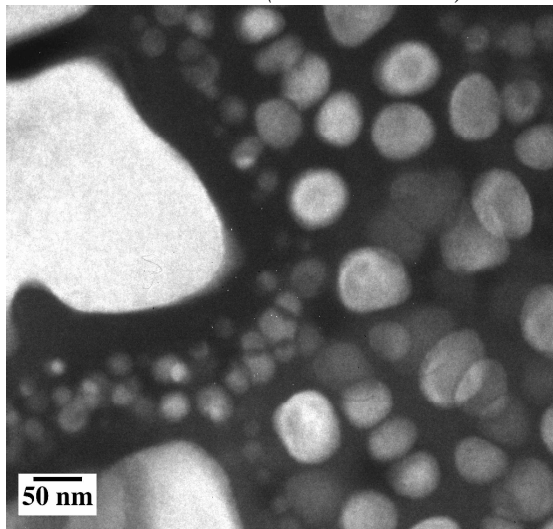
750°C / 8h (éch. 22M16-2)



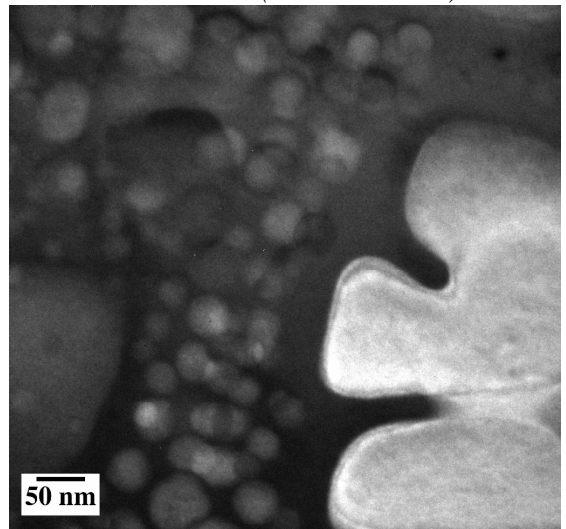
750°C / 24h (éch. 22M14-2)



775°C / 8h (éch. 22M18-1)



800°C / 8h (éch. 22M01-3)



825°C / 8h (éch. 22M18-2)

Figure 3-42 : Observations en MET (champ sombre) après une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement double-pente, 1180°C / 2 h + R25 – 1080°C – R100.

### 3.5 Conclusion

L'enjeu de cette étude est d'optimiser la microstructure de l'alliage N19 par traitement thermique. Nous avons donc dans ce chapitre, qui constitue également la première partie de cette étude, cherché à corréliser les paramètres des étapes du traitement thermique (mise en solution, refroidissement et revenu) avec les principales caractéristiques microstructurales de l'alliage N19.

La température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires est un élément important pour la détermination des paramètres de traitements thermiques. La température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires dans l'alliage N19 a été évalué à 1145°C, à partir des observations microscopiques de nombreux échantillons traités à plusieurs températures de mise en solution.

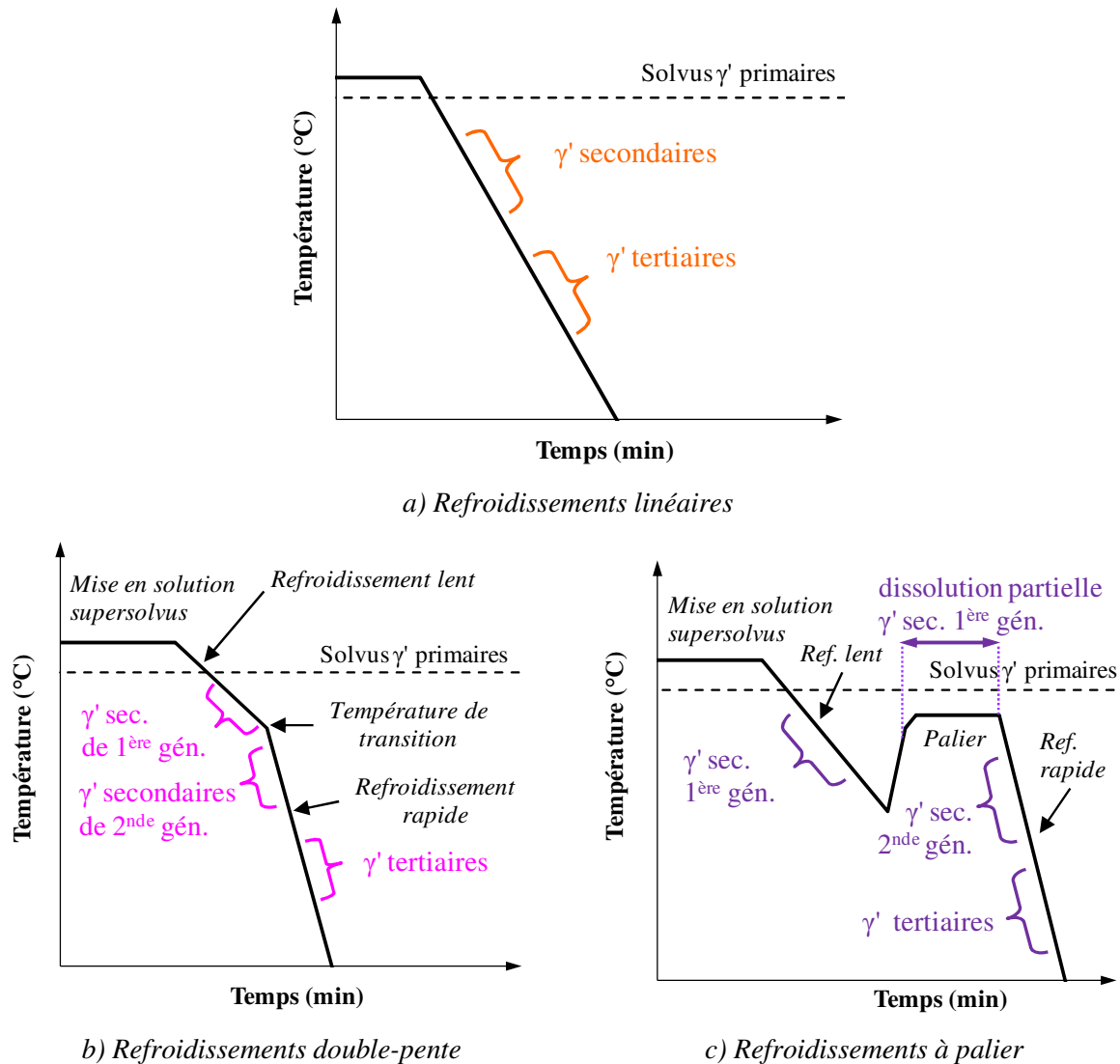
L'évolution de la taille de grains avec les conditions de mise en solution a été caractérisée à partir de cartographies EBSD réalisées sur ces mêmes échantillons. Ces analyses ont montré qu'une mise en solution subsolvus conduisait à une taille de grains d'environ 5  $\mu\text{m}$ , et qu'une mise en solution supersolvus conduisait à une taille de grains d'environ 25  $\mu\text{m}$ .

La précipitation des  $\gamma'$  secondaires et des  $\gamma'$  tertiaires se produit au cours du refroidissement suivant la mise en solution. La morphologie et la distribution (taille, nombre par unité de volume, fraction volumique et distance inter-précipités) de ces précipités sont donc dépendantes des conditions de refroidissement, et plus particulièrement de la vitesse de refroidissement. Les nombreuses observations réalisés en MEB et en MET sur des échantillons refroidis avec différentes vitesses depuis la température de mise en solution ont montré que, si le nombre de germes augmente lorsque la vitesse de refroidissement augmente, la taille de ces précipités diminue, conformément aux théories classiques de la germination et de croissance. En effet, la force motrice de germination est liée à la vitesse de refroidissement, *via* la sursaturation de la matrice en éléments  $\gamma'$  gènes et le degré de sous-refroidissement. De plus, la croissance des précipités  $\gamma'$  s'accompagne d'une évolution morphologique, depuis une forme sphérique après la germination, jusqu'à une forme cubique, puis une forme d'octocube.

En plus des refroidissements à vitesse constante (refroidissements linéaires), des refroidissements interrompus dits double-pente ont été étudiés. Ces refroidissements double-pente comportent deux parties : une première partie du refroidissement est effectuée à faible vitesse, et une seconde partie est effectuée à vitesse élevée. Ce type de refroidissement modifie clairement la distribution des précipités  $\gamma'$ , en entraînant une précipitation multi-modale : des gros précipités  $\gamma'$  secondaires dits de première génération se forment au cours du refroidissement à faible vitesse, puis des petits précipités  $\gamma'$  dits de seconde génération se forment probablement au cours de la deuxième partie du refroidissement à vitesse plus élevée.

Dans l'objectif d'obtenir une précipitation multi-modale particulière, des traitements thermiques avec des refroidissements comportant une remontée en température suivie d'un palier de courte durée, puis d'un refroidissement à 100°C/min ont été étudiés. L'introduction d'un palier permet de moduler la précipitation des  $\gamma'$  secondaires de première génération en les remettant en solution partiellement, et la précipitation des  $\gamma'$  secondaires de seconde génération. Plus la température de palier est élevée, plus le diamètre des précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération est grand.

Ces observations ont montré qu'au cours du refroidissement il y avait plusieurs « vagues » de précipitations de  $\gamma'$ , qui se produisaient à différents instants du refroidissement en fonction des conditions de refroidissement, ce que nous avons résumé à l'aide des schémas de la Figure 3-43.



**Figure 3-43 : Représentation schématique de la précipitation des différentes générations de  $\gamma'$  en fonction des conditions de refroidissement.**

Des études complémentaires, notamment à l'aide d'analyses thermiques différentielles, sont nécessaires pour affiner les gammes de températures pour lesquelles ont lieu ces différentes vagues de précipitation.

Les conditions de revenus ont une influence très marquée sur la croissance et le mûrissement d'Oswald (*cf.* Chapitre 1 § 1.2.2) des précipités  $\gamma'$  tertiaires. Plus la température de revenu est élevée, et plus la durée de ce revenu est longue, plus ces précipités grossissent et plus leur nombre par unité de volume diminue. Nous avons également constaté que ces précipités  $\gamma'$  tertiaires n'étaient pas présents de manière homogène dans les couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires après un refroidissement à 100°C/min, et étaient localisés dans des zones dépourvues de  $\gamma'$  secondaires ou dans les couloirs les plus larges.

Le choix des conditions de refroidissement et des conditions de revenu est crucial dans la définition des gammes de traitements thermiques car de la distribution des précipités  $\gamma'$  vont dépendre les propriétés mécaniques de l'alliage. L'objectif de la seconde partie de cette étude est de corréler les propriétés mécaniques avec les paramètres de traitements thermiques, et

donc les caractéristiques microstructurales de l'alliage, notamment en termes de taille de grains et de précipitation.

La stabilité microstructurale de l'alliage est également un critère essentiel à prendre en considération lors d'applications hautes températures telles que le disque de turbine, et a été étudiée après des expositions de très longues durées (500 h et 5000 h) à haute température (700°C et 750°C). Les résultats de cette étude sont présentés en Annexe C.



---

# Chapitre 4 - Sélection des microstructures pour la caractérisation mécanique

---

## Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Sélection des traitements thermiques .....</b>	<b>112</b>
<b>4.2</b>	<b>Caractérisation des microstructures .....</b>	<b>116</b>
4.2.1	Mise en solution.....	118
4.2.2	Conditions de refroidissement.....	119
4.2.2.1	<i>Refroidissements linéaires .....</i>	<i>119</i>
4.2.2.2	<i>Refroidissement double-pente .....</i>	<i>121</i>
4.2.2.3	<i>Refroidissements avec palier.....</i>	<i>122</i>
4.2.3	Traitements de revenu .....	124
<b>4.3</b>	<b>Essais mécaniques .....</b>	<b>127</b>
<b>4.4</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>128</b>

---

L'objectif de cette étude est d'optimiser les propriétés mécaniques de l'alliage N19. Or, les propriétés mécaniques à haute température des superalliages pour disques de turbine sont fortement dépendantes des caractéristiques microstructurales de ces superalliages. De plus, il a été mis en évidence, dans le Chapitre 3, que les paramètres de chacune des étapes du traitement thermique jouent un rôle essentiel sur les caractéristiques microstructurales de l'alliage après traitement thermique. Il est donc nécessaire d'ajuster ces paramètres de traitements thermiques, de manière à obtenir une microstructure conduisant au meilleur compromis en termes de propriétés mécaniques. En effet, il ressort de la synthèse bibliographique présentée dans le Chapitre 1, § 1.4, qu'une microstructure donnée, caractérisée par une taille de grains et une distribution de précipités  $\gamma'$ , ne peut pas présenter à la fois les meilleures propriétés en traction et la meilleure résistance au fluage. Par exemple, la plus haute limite d'élasticité est atteinte avec une microstructure subsolvus à grains fin, tandis qu'une microstructure supersolvus à gros grains présente une tenue en fluage nettement supérieure, sous certaines conditions de contrainte et de température. Les analyses réalisées dans le Chapitre 3 ont permis de mieux appréhender l'effet des différents paramètres de traitements thermiques sur la microstructure de l'alliage N19. Sur la base de ces résultats, nous avons décidé de sélectionner dix traitements thermiques afin d'étudier l'effet des modifications microstructurales sur les propriétés mécaniques de l'alliage, et plus particulièrement sur la résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage et sur le comportement en fatigue-relaxation.

## 4.1 Sélection des traitements thermiques

Le traitement thermique se compose de trois étapes : la mise en solution, le refroidissement et le revenu. Les dix traitements thermiques à sélectionner doivent donc permettre d'étudier l'effet des paramètres de chacune de ces étapes sur les propriétés mécaniques de l'alliage.

- *Traitement thermique de référence*

L'alliage N19 est destiné à être traité **supersolvus**. La température de mise en solution choisie pour ce traitement de référence est **1180°C**. Elle est supérieure d'environ 30°C à la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires, et est située dans une gamme de températures supersolvus pour laquelle il n'y a pas d'évolution de la taille de grains avec la température (voir Figure 3-5, Chapitre 3). Cette température conduit à une microstructure avec une taille moyenne de grains d'environ 25  $\mu\text{m}$ .

Il a été décidé d'effectuer ensuite un refroidissement à une vitesse intermédiaire à **100°C/min**. Cette vitesse est à peu près équivalente aux vitesses de refroidissement qui ont été estimées lors de la modélisation des vitesses de refroidissement au cœur d'une ébauche de disque en alliage N18, au cours d'une trempe huile [MONS, 1996]. Il s'agit d'une vitesse qui peut raisonnablement être atteinte au cœur de la pièce lors d'un traitement thermique à l'échelle industrielle.

La température de revenu choisie pour ce traitement thermique correspond à la température conduisant à un pic de dureté après un revenu de 8 h après une mise en solution à 1180°C pendant 2 h suivie d'un refroidissement à 100°C/min, c'est-à-dire **775°C**. Cette température a été déterminée par l'ONERA (cf. Chapitre 3, § 3.4, Figure 3-34) [ONERA, 2012].

- *Mise en solution*

Afin d'avoir également des informations quant au comportement mécanique **subsolvus**, un second traitement de mise en solution a été choisi : **1120°C** pendant 4 h. Cette température est inférieure d'environ 30°C à la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires et est située dans une gamme de températures subsolvus pour laquelle il y a peu d'évolution de la taille de grains avec la température (voir Figure 3-5, Chapitre 3). Cette température conduit à une microstructure avec une taille moyenne de grains d'environ 5  $\mu\text{m}$ .

La caractérisation des propriétés mécaniques est réalisée sur des ébauches ayant subi un traitement thermique complet, depuis la mise en solution jusqu'au revenu. À la suite de cette mise en solution subsolvus, il a été choisi d'effectuer un refroidissement à 100°C/min, puis un revenu de 8 h à 750°C, car cette température conduit à un pic de dureté (*cf.* Chapitre 3, § 3.4, Figure 3-34) [ONERA, 2012].

- *Conditions de refroidissement*

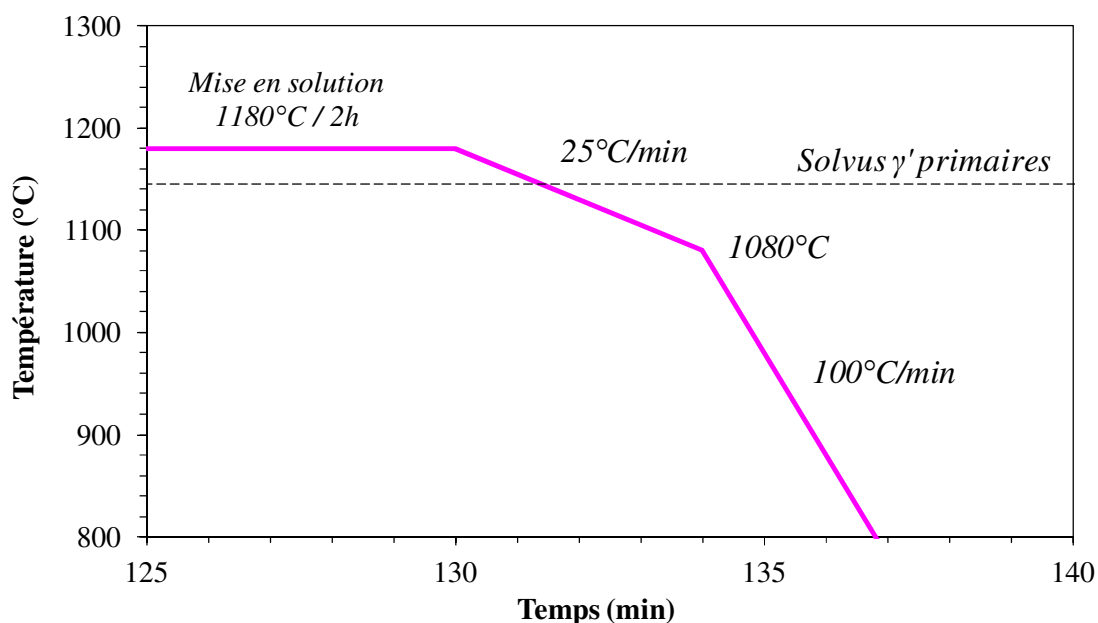
Les conditions de refroidissement jouent un rôle crucial sur la précipitation des  $\gamma'$ . Plusieurs conditions de refroidissement ont été choisies : trois refroidissements linéaires selon différentes vitesses, un refroidissement double-pente et deux refroidissements à palier.

L'ébauche d'un disque de turbine étant une pièce massive, les vitesses de refroidissement varient entre le cœur et la périphérie de cette pièce lors de la trempe. Afin d'étudier l'influence de la vitesse de refroidissement sur les propriétés mécaniques de l'alliage N19, deux autres vitesses de refroidissement ont été choisies de manière à encadrer la vitesse de refroidissement de **100°C/min** du traitement de référence : une vitesse plus rapide et égale à **250°C/min**, et une vitesse plus lente et égale à **50°C/min**.

Ces différentes conditions de refroidissement ont été étudiées après une mise en solution supersolvus à 1180°C pendant 2 h. Ensuite, des revenus de 8 h ont été effectués à 775°C, quelle que soit la vitesse de refroidissement. Pour ces deux vitesses, 50°/min et 250°C/min, les températures de revenu conduisant à un pic de dureté n'ont pas été recherchées par manque de temps et par manque de matière : en effet, cela aurait nécessité la réalisation d'au moins vingt traitements thermiques supplémentaires sur autant d'échantillons.

Un **refroidissement double-pente** a été retenu afin d'étudier l'influence d'une précipitation bi-modale de  $\gamma'$  secondaires sur les propriétés mécaniques de l'alliage N19. Parmi les différents traitements avec refroidissement double-pente étudiés, le traitement comprenant une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie d'un premier refroidissement lent à 25°C/min jusqu'à 1080°C, puis d'un second refroidissement plus rapide à 100°C/min (R25-1080-R100) a été retenu (voir Figure 4-1).

À la suite de ce traitement, un revenu de 8 h à 750°C a été appliqué car cette température conduit à un pic de dureté après une mise en solution à 1180°C pendant 2 h suivie de ce refroidissement double-pente (*cf.* Chapitre 3, § 3.4, Figure 3-34) [ONERA, 2012].



**Figure 4-1 : Conditions du refroidissement double-pente sélectionné.**

Des refroidissements incluant une remontée en température suivie d'un palier de quelques minutes à une température inférieure à la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires ont également été retenus. Ce type de refroidissement a été présenté dans le Chapitre 3, § 3.3.3. Pour rappel, l'objectif de ces refroidissements avec palier de ré-homogénéisation est de faire précipiter des gros précipités  $\gamma'$  secondaires lors d'un premier refroidissement assez lent, mais suffisamment rapide pour éviter de former des octocubes, puis de remonter à une température proche, mais inférieure à la température de solvus des  $\gamma'$  primaires, de manière à homogénéiser la composition de la matrice dans les couloirs entre ces gros précipités  $\gamma'$  secondaires, et de terminer par un refroidissement plus rapide pour faire germer une seconde génération de précipités  $\gamma'$  secondaires plus petits dans ces couloirs, en évitant l'apparition de zones dénudées de précipités à proximité immédiate des gros précipités  $\gamma'$  secondaires. Ce type de refroidissement est inspiré des travaux d'I. Augustins-Lecallier dans le cadre de sa thèse [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011].

Deux traitements thermiques ont été retenus sur la base des observations effectuées après les cinq traitements thermiques comportant un **palier de ré-homogénéisation** de la matrice étudiés dans le Chapitre 3 (cf. § 3.3.3) et sont présentés Figure 4-2. Le premier traitement a été choisi avec une température de palier de **1115°C**, un peu plus basse que la température de solvus des précipités  $\gamma'$  primaires. Le second traitement a été choisi avec une température de palier de **1140°C**, assez proche de la température de solvus des  $\gamma'$  primaires. Cependant, par rapport au traitement expérimenté dans le Chapitre 3, avec une température de palier à 1147°C, la température de palier a été légèrement abaissée, pour ne pas dissoudre une fraction trop importante de  $\gamma'$  secondaires de première génération.

Afin d'étudier uniquement l'effet des conditions de refroidissement et de conserver la même taille de grains, le traitement de mise en solution a été réalisé à 1180°C pendant 2 h.

Les conditions de revenu, 775°C pendant 8 h, ont également été conservées par rapport au traitement de référence. Cependant, si ces conditions de revenu (775°C / 8 h) conduisent à un pic de dureté après un refroidissement à 100°C/min après une mise en solution supersolvus à 1180°C pendant 2 h, il n'est pas certain qu'elles conduisent à un pic de dureté après de tels

refroidissements à palier. Il aurait fallu, en toute rigueur, rechercher la température de revenu conduisant à un pic de dureté dans le cas de ces traitements avec palier de ré-homogénéisation de la matrice. Cette recherche n'a cependant pas pu être effectuée par manque de temps et par manque de matière.

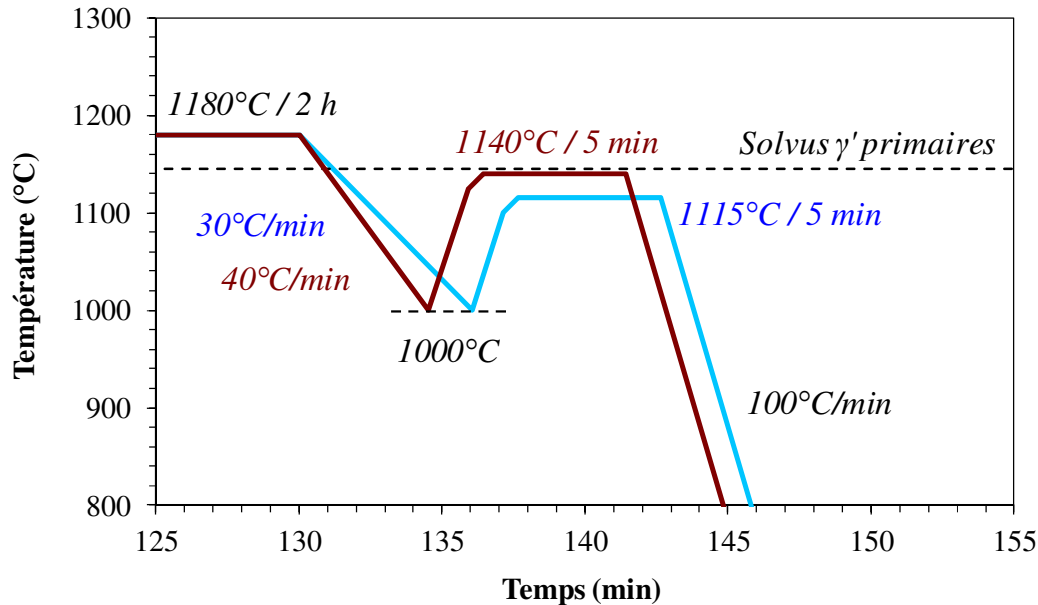


Figure 4-2 : Conditions des deux traitements sélectionnés avec refroidissement à palier.

- *Traitements de revenu*

Afin d'étudier l'influence de la température de revenu sur les propriétés mécaniques de l'alliage N19, des traitements de revenu de 8 h à quatre températures différentes ont été retenues : **700°C**, **775°C**, **800°C** et **825°C**. Ces traitements de revenu ont été effectués après un traitement de mise en solution supersolvus à 1180°C pendant 2 h suivi d'un refroidissement à 100°C/min. Ces températures ont été choisies, inférieures, égales et supérieures à la température de **775°C**, qui conduit à un pic de dureté après un traitement à 1180°C pendant 2 h suivi d'un refroidissement à 100°C/min (*cf.* Chapitre 3, § 3.4).

- *Synthèse*

Les dix traitements thermiques retenus sont présentés sur le schéma de la Figure 4-3. Le traitement encadré est le traitement de référence à partir duquel les neuf autres séquences de traitements thermiques ont été déclinées.

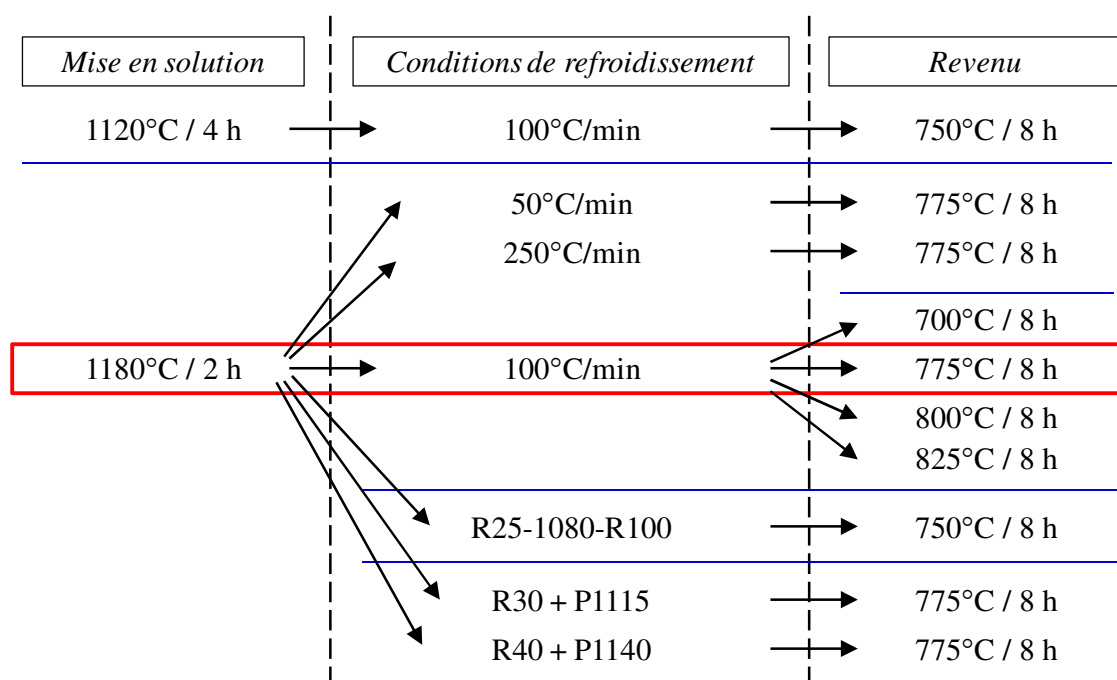


Figure 4-3 : Synthèse des dix traitements thermiques retenus pour étudier les propriétés mécaniques. Traitement encadré de rouge = traitement de référence.

## 4.2 Caractérisation des microstructures

Les dix traitements thermiques ont été appliqués sur des ébauches, destinées à l'usinage des éprouvettes nécessaires à la réalisation de tous les essais mécaniques du projet DARTAGNAN (cf. § 4.3). Ces ébauches ont été prélevées dans les huit galets de l'alliage N19 forgés pour cette étude (*galets C8536-A, C8536-B, C8536-C, C8536-D, C8537-A, C8537-B, C8537-C, C8537-D*). Étant donné le nombre considérable d'ébauches à traiter par gamme de traitements thermiques (au total, plus de 200 ébauches), les traitements thermiques ont été effectués par lots, par SNECMA.

Ces dix traitements thermiques sont présentés en détail dans le Tableau 4-1. Les vitesses de refroidissement ont été mesurées au cours de ces traitements thermiques et sont indiquées entre parenthèses dans ce tableau<sup>1</sup>. Un nom a été attribué à chaque traitement thermique afin de les différencier.

Des observations ont été effectuées en MEB et en MET sur les chutes des ébauches (après traitement thermique complet), afin d'une part de caractériser les microstructures qui ont été testées mécaniquement, et d'autre part de vérifier que les traitements thermiques réalisés ont permis d'obtenir les microstructures recherchées.

<sup>1</sup> Remarque : par la suite, dans la légende des figures et dans le texte, il sera mentionné 50°C/min et 100°C/min, ou R50 et R100, car les valeurs mesurées sont proches des valeurs visées. Par contre, il sera mentionné 230°C/min (mesurée) au lieu de 250°C/min (visée), car l'écart est assez important. De même, le refroidissement double pente sera appelé DP ou R15-1080-R110 car les vitesses mesurées sont un peu différentes des vitesses visées (R25-1080-R100).

	Traitement thermique			Dénomination
	Mise en solution	Refroidissement	Revenu	
Référence	1180°C / 2h	100°C/min (98°C/min)	775°C / 8h	SUP + R100 + r775
Mise en solution	1120°C / 4h	100°C/min (100°C/min)	750°C / 8h	SUB + R100 + r750
Conditions de refroidissement	1180°C / 2h	50°C/min (54°C/min)	775°C / 8h	SUP + R50 + r775
	1180°C / 2h	250°C/min (230°C/min)	775°C / 8h	SUP + R250 + r775
	1180°C / 2h	25°C/min (16°C/min) jusqu'à 1080°C puis 100°C/min (112°C/min)	750°C / 8h	SUP + DP + r750
	1180°C / 2h	30°C/min (31°C/min) jusqu'à 1000°C, chauffe jusqu'à 1115°C, maintien 5 min, puis ref. 100°C/min (109°C/min)	775°C / 8h	SUP + P1115 + r775
	1180°C / 2h	40°C/min (39°C/min) jusqu'à 1000°C, chauffe jusqu'à 1140°C, maintien 5 min, puis ref. 100°C/min (104°C/min)	775°C / 8h	SUP + P1140 + r775
Température de revenu	1180°C / 2h	100°C/min (98°C/min)	700°C / 8h	SUP + R100 + r700
	1180°C / 2h	100°C/min (95°C/min)	800°C / 8h	SUP + R100 + r800
	1180°C / 2h	100°C/min (98°C/min)	825°C / 8h	SUP + R100 + r825

Tableau 4-1 : Traitements thermiques sélectionnés pour l'étude des propriétés mécaniques.

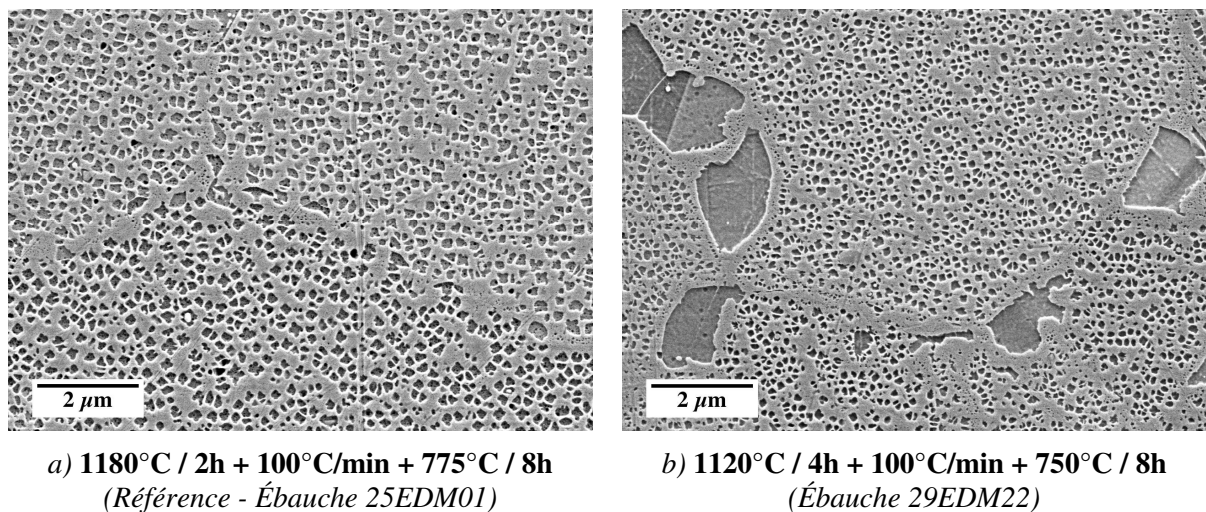


### 4.2.1 Mise en solution

Les observations en MEB de la microstructure supersolvus de référence et de la microstructure subsolvus sont présentées respectivement Figure 4-4-a) et Figure 4-4-b).

Après la mise en solution supersolvus, les précipités  $\gamma'$  primaires intergranulaires ont été remis en solution. Conformément à ce qui a été observé dans le Chapitre 3 (*cf.* § 3.3.1), les précipités  $\gamma'$  secondaires sont plus gros après une mise en solution supersolvus (environ 190 nm) qu'après une mise en solution subsolvus (environ 140 nm), bien que les vitesses de refroidissement utilisées soient les mêmes (100°C/min),

La taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires de ces deux microstructures est proche, et vaut entre 10 et 15 nm.



**Figure 4-4: Observations en MEB (électrons secondaires) de la microstructure supersolvus de référence et de la microstructure subsolvus.**

Ces deux traitements permettent d'obtenir des microstructures avec deux tailles de grains moyennes différentes :

- une microstructure issue d'un traitement avec une mise en solution supersolvus comportant des gros grains, d'une taille moyenne d'environ 25  $\mu\text{m}$  ;
- une microstructure issue d'un traitement comprenant une mise en solution subsolvus présentant des grains plus fins avec une taille moyenne d'environ 5  $\mu\text{m}$ .

## 4.2.2 Conditions de refroidissement

### 4.2.2.1 Refroidissements linéaires

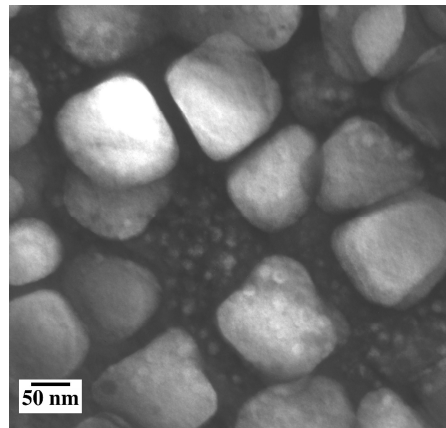
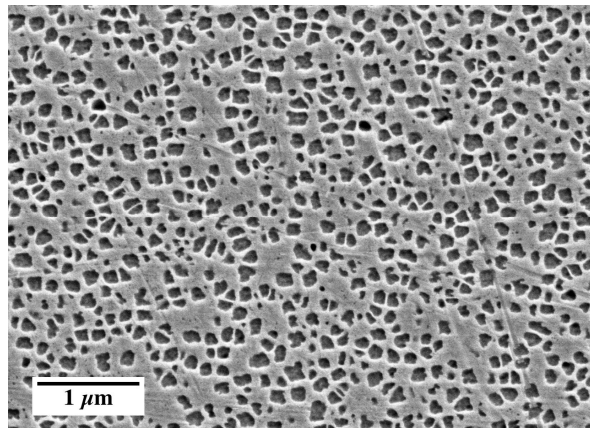
Les microstructures issues des traitements supersolvus avec un refroidissement à 230°C/min, 100°C/min et 50°C/min sont présentées respectivement Figure 4-5-a), Figure 4-5-b) et Figure 4-5-c). Les précipités  $\gamma'$  secondaires mesurent environ :

- 140 nm, après le refroidissement à 230°C/min ;
- 190 nm, après le refroidissement à 100°C/min ;
- 250 nm, après le refroidissement à 50°C/min.

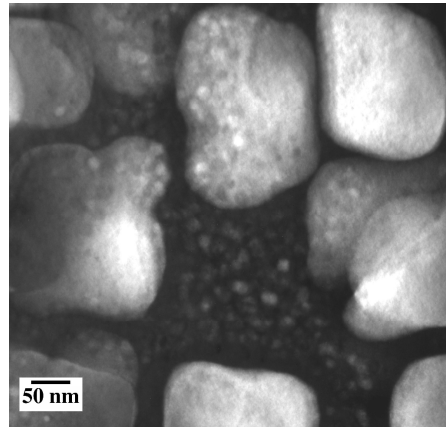
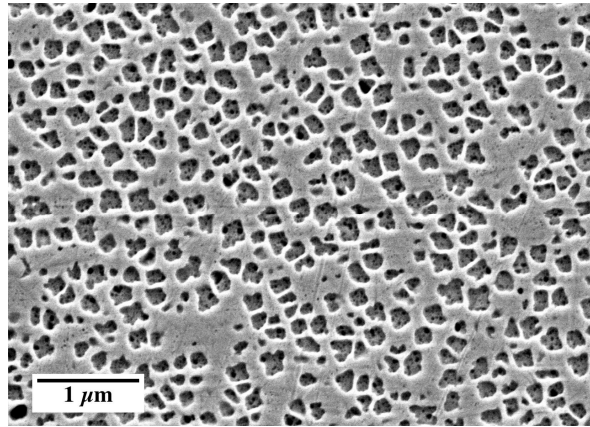
Ces dimensions ont été déterminées à partir des observations réalisées en MET (*cf.* Chapitre 2, § 2.3.3.2.2). Pour les refroidissements à 230°C/min et à 100°C/min, ces valeurs sont un peu inférieures à celles déterminées pour les mêmes vitesses de refroidissement après les mêmes conditions de mise en solution dans le Chapitre 3 (*cf.* § 3.3.1) comme le montre le graphique de la Figure 4-11. Ces petites différences peuvent être expliquées par le fait que les traitements thermiques des ébauches n'ont pas été effectués dans le même four que celui utilisé pour la réalisation des traitements thermiques des échantillons métallographiques. De plus, ces mesures sont des mesures ponctuelles et ne proviennent pas d'une analyse sur un grand nombre de précipités. Concernant le refroidissement à 50°C/min, l'écart entre la mesure sur ébauche et la mesure sur l'échantillon de métallographie est plus grand : la taille mesurée sur l'échantillon est d'environ 400 nm. Cependant, cette valeur est un peu élevée, comme nous l'avons vu dans le Chapitre 3 au paragraphe 3.3.1. De plus, pour les refroidissements effectués à vitesse plus basse, la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires, et donc leur répartition, varient plus rapidement avec la vitesse de refroidissement. Les résultats sont donc cohérents.

Plus la vitesse de refroidissement est lente, plus les précipités  $\gamma'$  secondaires sont gros, et moins ils sont nombreux. En effet, plus la vitesse de refroidissement est rapide, plus la force motrice de germination est élevée, et plus le nombre de germes est important (*cf.* Chapitre 3, § 3.3.1).

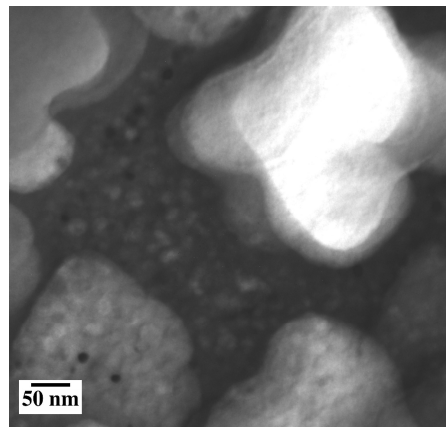
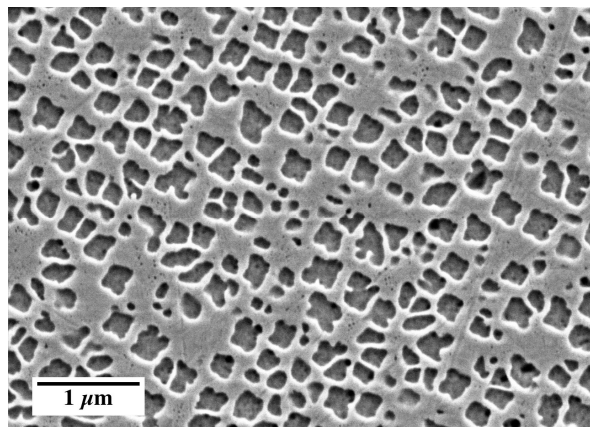
La taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires de ces trois microstructures (après revenu) est proche, et vaut entre 10 et 20 nm.



a)  $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h} + 230^{\circ}\text{C}/\text{min} + 775^{\circ}\text{C} / 8 \text{ h}$  (Ébauches 25EDM19 et 25EDM21)



b)  $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h} + 100^{\circ}\text{C}/\text{min} + 775^{\circ}\text{C} / 8 \text{ h}$  (Référence - Ébauches 25EDM01 et 25EDM03)



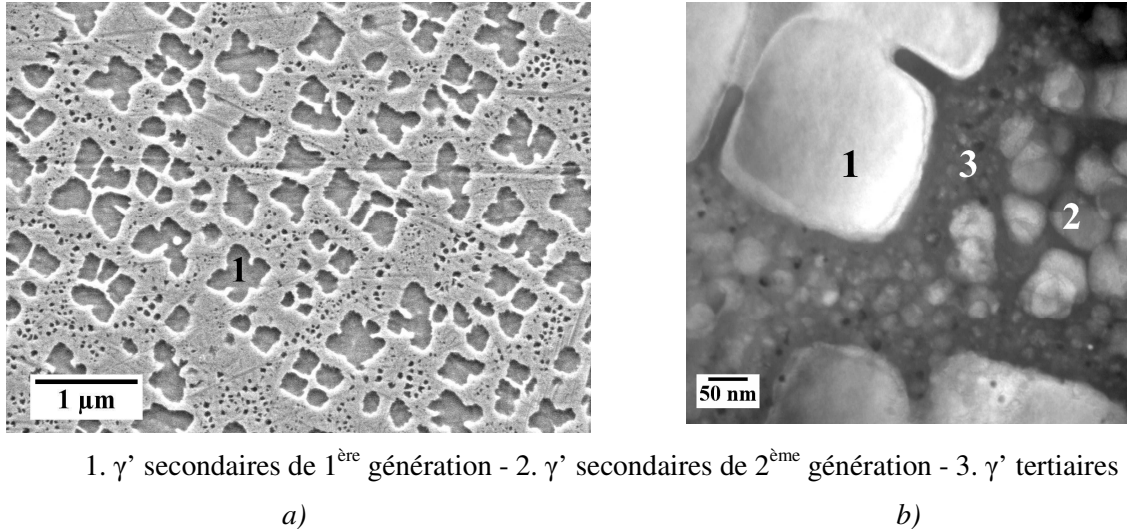
c)  $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h} + 50^{\circ}\text{C}/\text{min} + 775^{\circ}\text{C} / 8 \text{ h}$  (Ébauches 35P06 et 25EDM16)

**Figure 4-5 : Observations en électrons secondaires an MEB (à gauche) et en MET en champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$  (à droite) des microstructures après une mise en solution supersolvus ( $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h}$ ) suivie d'un refroidissement à a)  $230^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , b)  $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et c)  $50^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , puis d'un revenu à  $775^{\circ}\text{C}$  pendant 8 h.**

#### 4.2.2.2 Refroidissement double-pente

La microstructure du traitement supersolvus avec un refroidissement double-pente est présentée Figure 4-6. Ce refroidissement double-pente, conduit à la précipitation de deux populations de précipités  $\gamma'$  secondaires et de précipités  $\gamma'$  tertiaires :

- des gros précipités  $\gamma'$  secondaires en forme d'octocube d'environ 480 nm ;
- des petits précipités  $\gamma'$  secondaires de forme sphérique d'environ 70 nm de diamètre ;
- des précipités  $\gamma'$  tertiaires avec un diamètre maximal de 30 nm.



**Figure 4-6 : Traitement thermique avec un refroidissement double-pente 1180°C / 2 h + 16°C/min → 1080°C → 110°C/min + 750°C / 8 h (Ébauche 25EDM14). a) Observation en MEB, électrons secondaires. b) Observation en MET en champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ .**

### 4.2.2.3 Refroidissements avec palier

Les observations des deux microstructures traitées avec une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à palier sont présentées Figure 4-7. Les deux microstructures obtenues sont très proches, en termes de distribution de  $\gamma'$  secondaires, aussi bien de première génération que de deuxième génération, comme le montrent les mesures de ces précipités présentées dans le Tableau 4-2. Le diamètre maximal des précipités  $\gamma'$  tertiaires (après revenu) est le même dans ces deux microstructures, et est de 30 nm.

Vitesse de refroidissement avant le palier	Température de transition	Température du palier	Arête des $\gamma'$ secondaires de 1 <sup>ère</sup> génération (nm)	Diamètre max. des $\gamma'$ secondaires de 2 <sup>ème</sup> génération (nm)
30°C/min	1000°C	1115°C / 5 min	340	70
40°C/min	1000°C	1140°C / 5 min	350	80

**Tableau 4-2 : Taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de première et de seconde génération des microstructures traitées avec une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie de refroidissements à palier.**

La microstructure issue du traitement avec une température de palier de 1140°C est différente de celle attendue. En effet, nous avons choisi cette température à partir des traitements avec refroidissement à palier présentés dans le Chapitre 3 (§ 3.3.3). La température de palier a été légèrement abaissée, pour ne pas dissoudre une fraction trop importante de  $\gamma'$  secondaires de première génération par rapport au traitement qui avait été étudié avec un palier à 1147°C. Il apparaît que la température choisie de 1140°C pour le traitement sur ébauche est trop basse, ou bien que la durée du palier est trop courte.

Un examen plus attentif de la morphologie des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération de la microstructure SUP + P1140 + r775 sur les micrographies réalisées en MET révèle que leur morphologie est très légèrement différente de celle des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération de la microstructure SUP + P1115 + r775 : leur forme est un peu plus irrégulière. Ceci suggère que la dissolution est un peu plus avancée dans la microstructure pour laquelle la température de palier était la plus élevée. Cependant, il est peu probable que cette petite variation entraîne une différence au niveau du comportement mécanique.

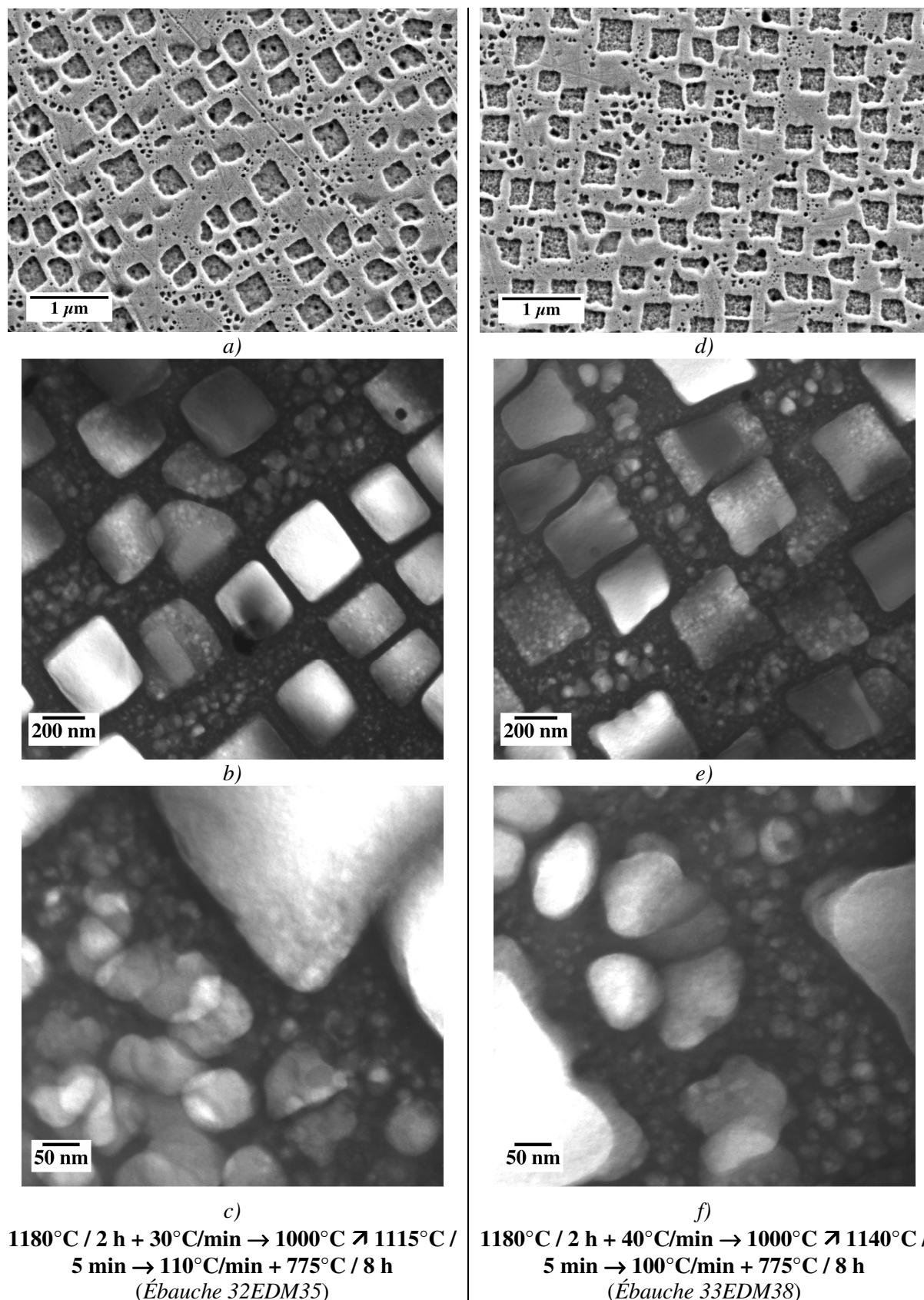
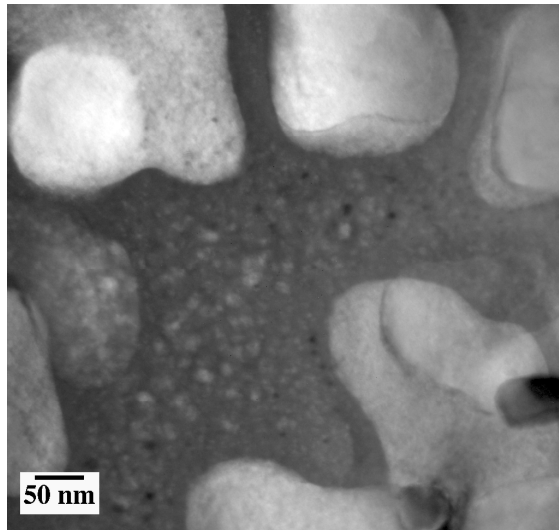


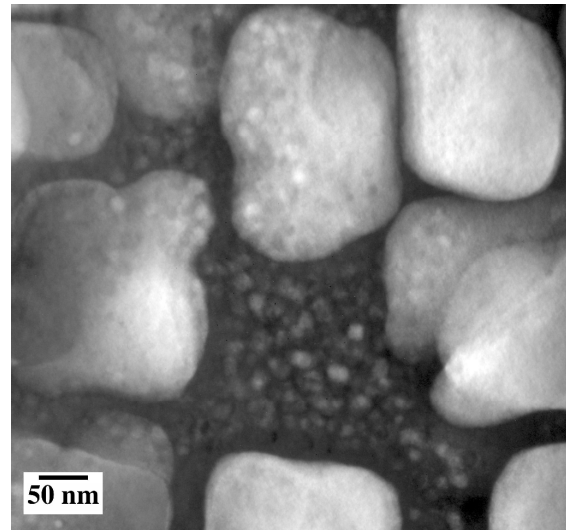
Figure 4-7 : Observations en électrons secondaires en MEB (a et d) et en MET en champ sombre sur  $g = 300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$  (b, c, e et f) des microstructures issues des traitements avec mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie d'un refroidissement incluant un palier à 1115°C (a, b et c) et à 1140°C (d, e et f) puis d'un revenu à 775°C pendant 8 h.

### 4.2.3 Traitements de revenu

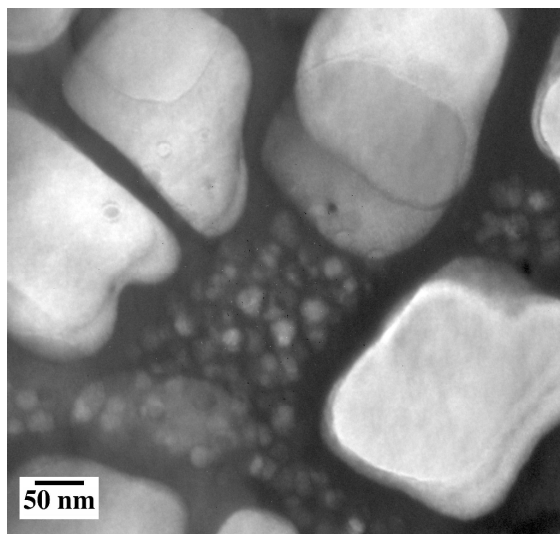
Les observations effectuées en MET après une mise en solution supersolvus ( $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h}$ ) suivie d'un refroidissement à  $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et de différentes conditions de revenu sont présentées Figure 4-8.



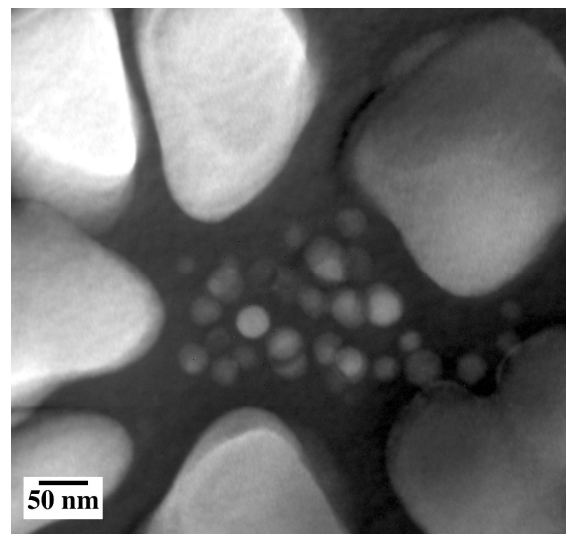
a)  $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h} + 100^{\circ}\text{C}/\text{min} + 700^{\circ}\text{C} / 8 \text{ h}$   
(Ébauche 25EDM06)



b)  $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h} + 100^{\circ}\text{C}/\text{min} + 775^{\circ}\text{C} / 8 \text{ h}$   
(Ébauche 25EDM03)



c)  $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h} + 100^{\circ}\text{C}/\text{min} + 800^{\circ}\text{C} / 8 \text{ h}$   
(Ébauche 29EDM24)



d)  $1180^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h} + 100^{\circ}\text{C}/\text{min} + 825^{\circ}\text{C} / 8 \text{ h}$   
(Ébauche 25EDM07)

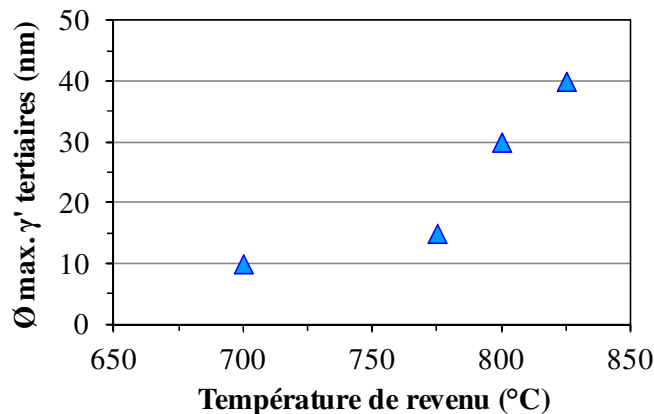
**Figure 4-8 :** Observations en MET (en champ sombre, sur  $g=300\gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) après une mise en solution à  $1180^{\circ}\text{C}$  pendant 2 h suivie d'un refroidissement à  $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et d'un revenu de 8 h à a)  $700^{\circ}\text{C}$ , b)  $775^{\circ}\text{C}$ , c)  $800^{\circ}\text{C}$  et d)  $825^{\circ}\text{C}$ .

Le diamètre maximal des précipités  $\gamma'$  tertiaires augmente avec la température de revenu, et passe d'environ 10 nm après un revenu de 8 h à  $700^{\circ}\text{C}$ , à environ 40 nm après un revenu de 8 h à  $825^{\circ}\text{C}$ , comme le montre la Figure 4-9. Cependant, comme nous l'avons remarqué sur les échantillons métallographiques dans le Chapitre 3 au paragraphe 3.4, la présence des  $\gamma'$

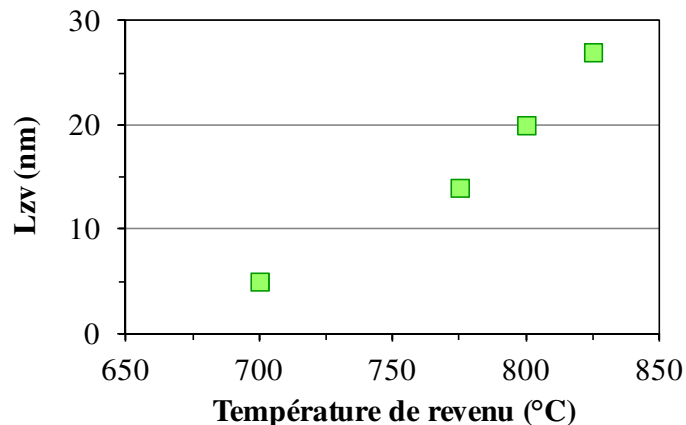


tertiaires semble être limitée aux couloirs les plus larges et aux zones dépourvues de  $\gamma'$  secondaires.

La largeur des zones dénudées autour des précipités  $\gamma'$  secondaires a également été mesurée pour les différentes conditions de revenu (voir méthode Chapitre 2, § 2.3.3.2.2). Les résultats de ces mesures sont présentés Figure 4-10 et montrent que la largeur de ces zones augmente avec la température de revenu.



**Figure 4-9 :** Variation du diamètre maximal des précipités  $\gamma'$  tertiaires en fonction de la température de revenu après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie d'un refroidissement à 100°C/min (revenu de 8 h).



**Figure 4-10 :** Variation de la largeur de zone vide de précipité autour des précipités  $\gamma'$  secondaires en fonction de la température de revenu après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie d'un refroidissement à 100°C/min (revenu de 8 h).

La taille des précipités  $\gamma'$  secondaires a également été mesurée à partir des observations effectuées en MET. Les mesures sont présentées Figure 4-11 et sont comparées avec les mesures des précipités  $\gamma'$  secondaires après mise en solution supersolvus suivie de différentes vitesses de refroidissement sur les échantillons métallographiques (*cf.* Figure 3-11, Chapitre 3).

La taille des  $\gamma'$  secondaires varie un peu après un refroidissement à 100°C/min en fonction des ébauches considérées. Cependant, cette variation n'est pas due aux différentes températures de revenu (*cf.* Chapitre 3, § 3.4.1).

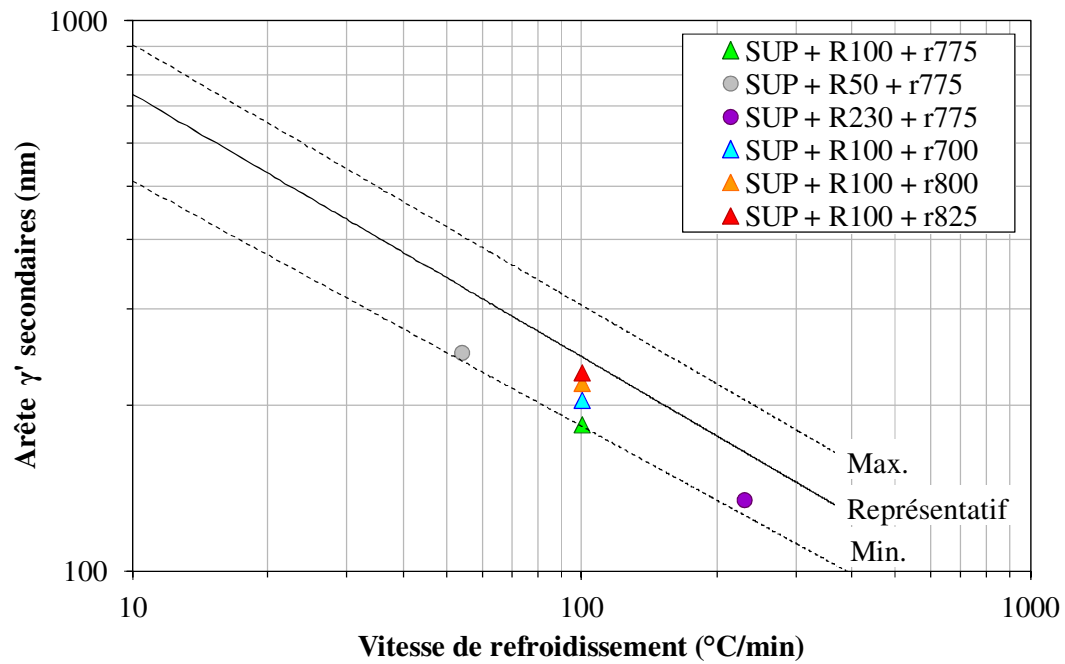


Figure 4-11 : Comparaison de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement mesurées sur les ébauches (symboles) et mesurées sur les échantillons métallographiques (droites).

### 4.3 Essais mécaniques

Dans un disque de turbine, il est nécessaire d'avoir un matériau qui présente à la fois de bonnes propriétés en traction et en fatigue, pour la partie du disque proche de l'alésage, et à la fois une bonne résistance au fluage et à la propagation de fissure, dans la zone en périphérie du disque. De plus, les effets d'un temps de maintien sont à prendre en considération, car il y a un maintien en contrainte au cours d'un vol.

La tenue mécanique des dix microstructures, issues des dix traitements thermiques sélectionnés, a donc été évaluée pour plusieurs types de sollicitations mécaniques. Des essais de traction, de fluage, de fatigue, de propagation de fissure avec temps de maintien et de fatigue-relaxation ont été réalisés à haute température. Ce projet étant une collaboration entre le Centre des Matériaux de Mines ParisTech, SNECMA et l'ONERA, les essais mécaniques ont été répartis entre les différents acteurs du projet, de la façon présentée dans le Tableau 4-3. De ce fait, seuls la méthode et les résultats des essais qui ont été réalisés au Centre des Matériaux, c'est-à-dire les essais de propagation de fissure en fatigue-fluage et les essais de fatigue-relaxation, seront présentés en détail dans le Chapitre 5 et dans le Chapitre 6 ce manuscrit. Les principaux résultats des essais de traction et de fluage, menés à l'ONERA, sont présentés dans la deuxième partie du Chapitre 7.

Type d'essai	Réalisés par
Traction	ONERA
Fluage	
Fatigue	SNECMA
Propagation de fissure en fatigue-fluage	Centre des Matériaux de Mines ParisTech
Fatigue-relaxation	

**Tableau 4-3 : Liste des types d'essais mécaniques réalisés dans le cadre du PEA DARTAGNAN et répartition de ces essais entre les différents acteurs de ce projet.**

## 4.4 Conclusion

Dix microstructures ont été choisies pour étudier l'effet des conditions de mise en solution, l'effet des conditions de refroidissement et l'effet du traitement de revenu sur les propriétés mécaniques de l'alliage N19.

Deux conditions de mise en solution ont été retenues : une mise en solution subsolvus qui permet d'obtenir une microstructure à grains fins (environ 5  $\mu\text{m}$ ), et une mise en solution supersolvus qui permet d'obtenir une microstructure à gros grains (environ 25  $\mu\text{m}$ ).

Trois conditions de refroidissement à vitesse constante ont été sélectionnées pour étudier l'effet du refroidissement, et donc de la distribution des précipités  $\gamma'$  secondaires après une mise en solution supersolvus sur les propriétés mécaniques de l'alliage : 50°C/min, 100°C/min et 250°C/min.

Un refroidissement double-pente et deux refroidissements à palier ont été choisis pour étudier l'effet d'une précipitation multimodale sur les propriétés mécaniques de l'alliage.

L'effet des conditions de revenu, et donc de la distribution des  $\gamma'$  tertiaires, sera également analyser à l'aide des quatre conditions de revenus retenues après une mise en solution supersolvus : 700°C, 775°C, 800°C et 825°C.

Les effets des paramètres de traitements thermiques, et des modifications microstructurales, sur la résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage et sur le comportement en fatigue-relaxation de l'alliage N19 sont étudiés, respectivement dans le Chapitre 5 et dans le Chapitre 6.

Dans la première partie du Chapitre 7, nous nous sommes appuyés sur les résultats des essais de fatigue-relaxation pour essayer d'interpréter les résultats obtenus en propagation de fissure en fatigue-fluage.

Une synthèse des différentes propriétés mécaniques des dix microstructures sélectionnées est proposée dans la deuxième partie du Chapitre 7, et intègre à la fois les propriétés en traction, la tenue en fluage, la résistance à la propagation de fissure en fatigue fluage et le comportement en fatigue-relaxation, afin de déterminer quelle microstructure donne le meilleur compromis entre ces différentes propriétés mécaniques.

---

# Chapitre 5 - Propagation de fissure en fatigue-fluage du N19

---

## Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Description de l'essai .....</b>	<b>130</b>
5.1.1	Éprouvette de propagation de fissure .....	130
5.1.2	Calcul du facteur d'intensité des contraintes $\Delta K$ .....	131
5.1.3	Chargement appliqué .....	132
5.1.4	Moyens expérimentaux .....	132
<b>5.2</b>	<b>Résultats expérimentaux .....</b>	<b>137</b>
<b>5.3</b>	<b>Effet des paramètres de traitements thermiques et de la microstructure .....</b>	<b>137</b>
5.3.1	Température de mise en solution.....	137
5.3.2	Conditions de refroidissement.....	139
5.3.3	Température de revenu .....	142
5.3.4	Chemins de propagation de fissure et faciès de rupture .....	143
<b>5.4</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>147</b>

---

La vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage est un critère essentiel utilisé dans les méthodes de dimensionnement des disques de turbines HP. Afin de déterminer l'effet de chacun des paramètres microstructuraux étudiés (taille de grains, précipitation de la phase  $\gamma'$ ) sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage, des essais ont été réalisés sur les dix microstructures sélectionnées, chacune étant issue d'une séquence de traitements thermiques complète (mise en solution, suivie d'un refroidissement contrôlé, puis d'un revenu). Ces dix traitements thermiques ont été présentés en détail dans le Chapitre 4.

Les essais de propagation de fissure ont été réalisés à 650°C, ce qui correspond à la température de fonctionnement des parties chaudes du disque de turbine (périphérie du disque où les aubes sont fixées), en appliquant une sollicitation mécanique cyclique de type 10/300/10 (10 secondes de chargement, 300 secondes de maintien à la charge maximale, 10 secondes de déchargement).

## **5.1 Description de l'essai**

### **5.1.1 Éprouvette de propagation de fissure**

Les essais de propagation de fissure ont été réalisés sur des éprouvettes de type SENT (Single Edge Notched Tension) de 3 mm d'épaisseur et de 12 mm de largeur. Ces éprouvettes ont été usinées par électro-érosion à partir des ébauches traitées thermiquement, de telle sorte que le plan de propagation de la fissure soit perpendiculaire au plan du galet, dans lequel les ébauches ont été prélevées (voir Annexe A-2). Le plan des éprouvettes est présenté Figure 5-1. Ces éprouvettes comportent une entaille latérale de 0.9 mm de profondeur et de 0.2 mm de largeur réalisée par électro-érosion, à partir de laquelle une fissure va s'amorcer et se propager au cours de l'essai. Avant l'essai, les éprouvettes ont été polies mécaniquement en diminuant progressivement la granulométrie des abrasifs utilisés jusqu'à 1  $\mu\text{m}$ . Le polissage facilite l'observation de la fissure et permet sa mesure en microscopie optique. Le polissage permet également de réduire les effets de l'usinage qui pourraient perturber la propagation de la fissure sur chacune des faces de l'éprouvette.



La variation du facteur d'intensité des contraintes s'écrit de manière générale :

avec  $a$  la longueur totale de la fissure (c'est-à-dire l'ensemble de la longueur de l'entaille usinée et la longueur de la fissure de fatigue),  $W$  la largeur de l'éprouvette dans sa partie calibrée,  $\Delta\sigma = \Delta F / S_0 = (F_{max} - F_{min}) / S_0$  l'amplitude de la contrainte nominale appliquée, et  $Y(a/W)$  le facteur de forme. Ce facteur de forme dépend de la géométrie de l'éprouvette et du rapport  $a/W$ . Dans le cas de cette géométrie d'éprouvette, le facteur de forme a été déterminé par F. Soniak [SONIAK, 1989], et s'écrit :

Ce résultat a été confirmé récemment par K. Vor [VOR, 2010].

Les essais ont été réalisés dans des conditions pour lesquelles la mécanique linéaire de la rupture est applicable, avec une plasticité confinée en pointe de fissure, ce qui permet l'utilisation du facteur d'intensité des contraintes  $\Delta K$ .



### 5.1.3 Chargement appliqué

Afin d'étudier les propriétés de résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage des différentes microstructures sélectionnées, un chargement de forme trapèze de type 10/300/10 a été appliqué : un cycle consiste en une rampe de chargement de 10 secondes depuis la charge minimale  $F_{min}$  jusqu'à la charge maximale  $F_{max}$ , suivi d'un maintien à la charge maximale  $F_{max}$  pendant 300 secondes, puis d'un retour à la charge minimale  $F_{min}$  en 10 secondes. Le rapport de charge  $R = F_{min} / F_{max}$  appliqué est égal à 0.1 (Figure 5-2).

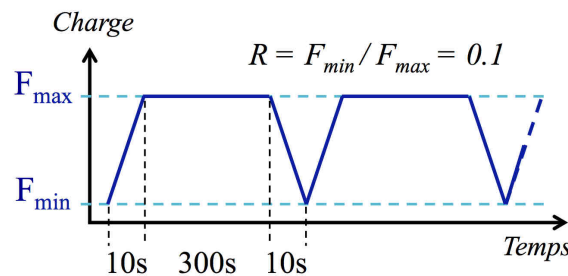


Figure 5-2 : Schéma du chargement appliqué lors des essais de propagation de fissure.

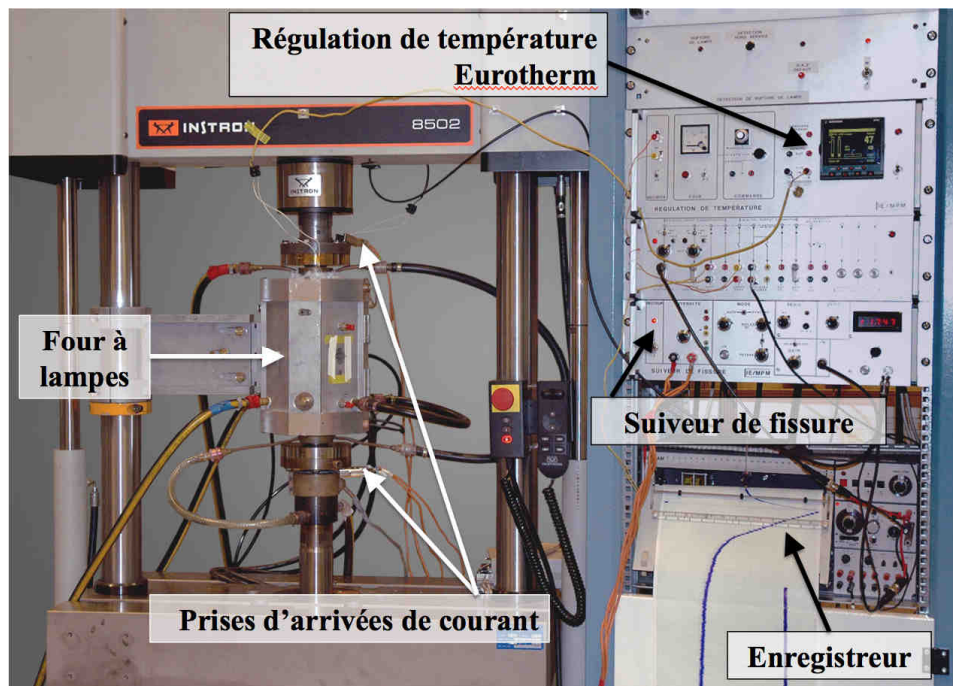
L'amplitude de charge  $\Delta F/2 = (F_{max} - F_{min})/2$  étant constante pendant toute la durée de l'essai, la propagation de la fissure entraîne une augmentation de l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes  $\Delta K$ .

Les conditions de chargement ont été calculées pour chaque éprouvette, et donc chaque microstructure, de manière à débiter l'essai avec une valeur de  $\Delta K$  initiale comprise entre 23 et 24 MPa.m<sup>1/2</sup>. La valeur initiale de  $\Delta K$  a été choisie sur la base des résultats des essais de propagation de fissure réalisés sur l'alliage N19 (précédemment appelé SMO43) [GUÉDOU, 2008] de telle sorte que la propagation de fissure se produise directement dans le régime de Paris, et ceci afin de réduire le temps d'essai pour amorcer la fissure, étant donnée la fréquence peu élevée de l'essai et l'absence de pré-fissuration pour amorcer cette fissure. Le chargement de type 10/300/10 a été appliqué pendant toute la durée de l'essai.

### 5.1.4 Moyens expérimentaux

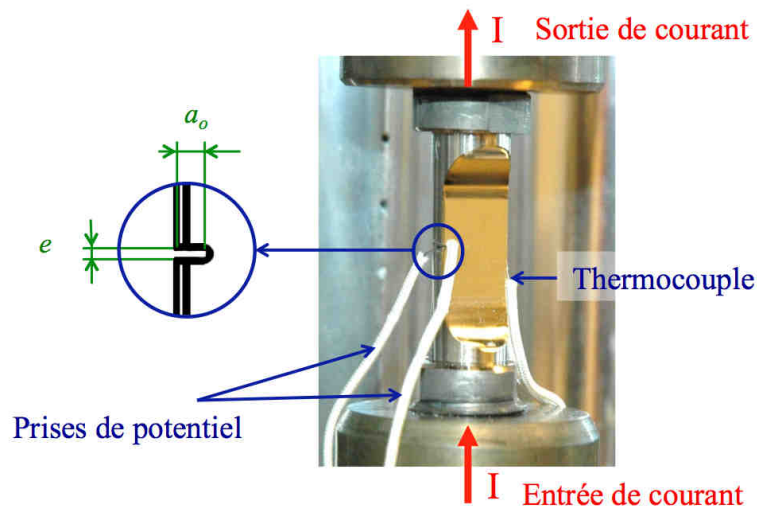
Les essais ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique Instron 8502, équipée d'un vérin de  $\pm 100$  kN, d'une cellule de charge de  $\pm 50$  kN et d'une électronique de pilotage Instron de type 8800 FAST TRACK (Figure 5-3).

Avant chaque essai, un grand soin a été apporté à l'alignement entre l'axe du vérin, l'axe de la cellule de charge, le système d'amarrage de l'éprouvette et l'éprouvette. En effet, un défaut d'alignement favoriserait une propagation de la fissure de manière non symétrique de part et d'autre de l'éprouvette, rendant l'exploitation de l'essai délicate, voire impossible.



**Figure 5-3 : Vue d'ensemble du dispositif utilisé pour la réalisation des essais de propagation de fissure à 650°C.**

L'éprouvette est portée à 650°C dans un four qui comporte quatre lobes elliptiques, les éléments chauffants étant quatre lampes à incandescence halogène. La température du four est pilotée à l'aide d'une régulation Eurotherm 2704 et d'un thermocouple de type K (chromel/alumel) soudé par point sur la tranche de l'éprouvette ne comportant pas l'entaille, au niveau du milieu de la partie calibrée (Figure 5-4).

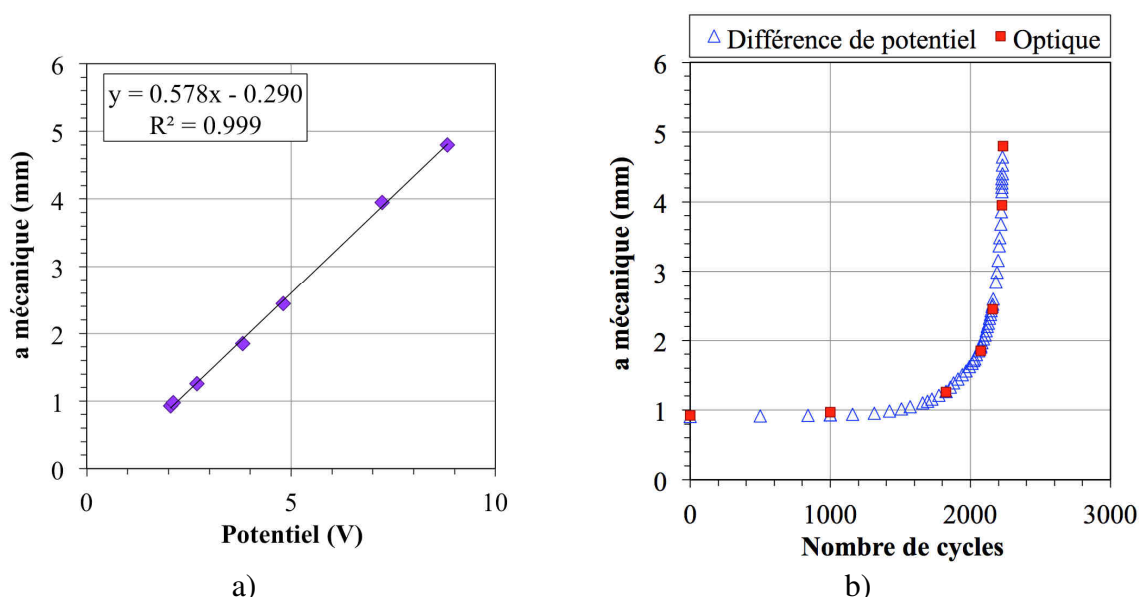


**Figure 5-4 : Dispositif de mesure de la différence de potentiel de part et d'autre de l'entaille permettant de suivre l'avancée de la fissure au cours de l'essai.**

L'avancée de la fissure est suivie par une méthode de mesure de différence de potentiel électrique. Cette méthode consiste à imposer des impulsions de courant dans l'éprouvette, et à mesurer, à intervalles de temps réguliers, la différence de potentiel entre deux points situés à environ 0.5 mm de part et d'autre de l'entaille (Figure 5-4). La propagation de la fissure

entraîne une augmentation de la différence de potentiel. Une corrélation de cette différence de potentiel avec la longueur de fissure est donc nécessaire pour pouvoir suivre en continu l'avancée de cette fissure. Pour cela, l'essai a été interrompu plusieurs fois au cours de son déroulement pour mesurer la longueur de la fissure à l'aide d'un microscope optique (Keyence, VHX-100, objectifs Z100 et Z20). La mesure optique de la longueur de fissure est effectuée sur les deux faces de l'éprouvette. La longueur moyenne est ensuite associée à la valeur de la différence de potentiel.

Les mesures optiques permettent de faire une calibration de la différence de potentiel en fonction de la longueur de fissure. La relation entre la différence de potentiel et la longueur de fissure peut être représentée par une droite (Figure 5-5-a). La courbe d'évolution de la longueur de fissure en fonction du nombre de cycles est déterminée à partir de cette droite de calibration et de la courbe du suivi de potentiel en fonction du nombre de cycles. La comparaison des valeurs de longueur de fissure obtenues à partir de la courbe de suivi de différence de potentiel et des valeurs moyennes de longueur de fissure mesurées optiquement (Figure 5-5-b) montre un bon accord entre ces valeurs.



**Figure 5-5 : a) Courbe d'étalonnage reliant la longueur de fissure  $a_{\text{mécanique}}$  à la différence de potentiel ; b) Comparaison des valeurs de longueur de fissure obtenues par suivi de la différence de potentiel avec les valeurs issues des mesures optiques.**

La vitesse de propagation de fissure est ensuite calculée à partir de la courbe  $a = f(N)$  et est représentée en fonction de  $\Delta K$ , dont le calcul a été présenté dans le paragraphe 5.1.2.

Les essais de propagation de fissure ont été réalisés sur dix microstructures. Au total, seize éprouvettes ont été testées. En effet, certains essais ont dû être doublés lorsque la fissure ne s'est propagée que d'un seul côté de l'éprouvette, et ceci, malgré le soin apporté à l'alignement de la machine lors du montage de l'éprouvette. Le détail des essais menés pour chaque traitement thermique est donné dans le Tableau 5-1.

En plus de ces dix microstructures, un essai a été réalisé sur la microstructure supersolvus de référence (SUP + R100 + r775) après un vieillissement de 500 h à 750°C, afin d'évaluer l'effet d'une exposition prolongée à haute température sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C (Tableau 5-2).

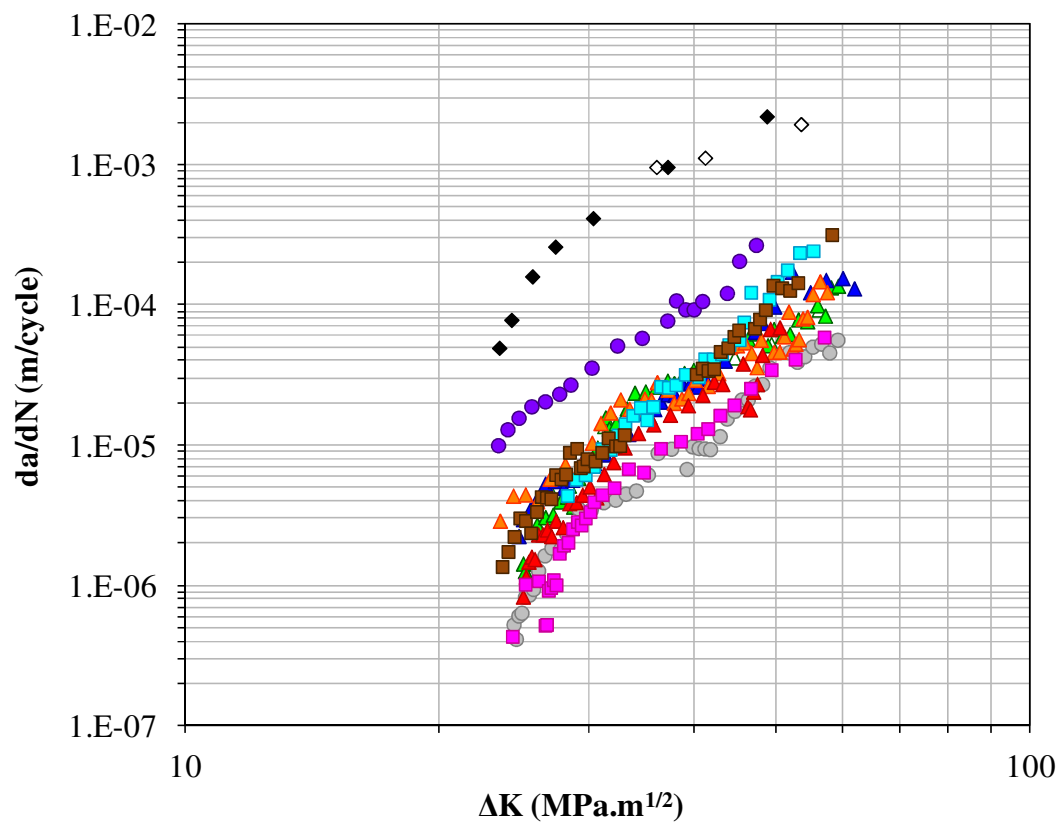
Traitement thermique	Référence éprouvette	Section (mm <sup>2</sup> )	a <sub>0</sub>	$\sigma_{\max}$ initiale (MPa)	$\Delta K$ initial (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Nombre de cycles
1120°C/4h + ref. 100°C/min + 750°C/8h	25EDM11	35.46	0.955	401	22.97	*
	29EDM22	35.25	0.974	397	23	117
1180°C/2h + ref. 100°C/min + 700°C/8h	35P02	29.98	0.880	429	23.5	492
1180°C/2h + ref. 100°C/min + 775°C/8h	35P01	31.14	0.868	443	24	537
	25EDM03	36.25	0.893	416	23	403
1180°C/2h + ref. 100°C/min + 800°C/8h	35P14	36.24	0.948	403	23	517
1180°C/2h + ref. 100°C/min + 825°C/8h	35P03	30.92	0.890	435	24	*
	25EDM07	35.67	0.895	434	24	793
1180°C/2h + ref. 16°C/min jusqu'à 1080°C + ref. 110°C/min + 750°C/8h	35P05	31.75	0.880	417 puis 432	23 puis 24.30	*
	25EDM14	35.56	0.959	414 puis 418	23.75 puis 24	1303 puis 1314
1180°C/2h + ref. 50°C/min + 775°C/8h	35P06	36.47	0.940	405 puis 418	23 puis 23.75	2000 puis 850
1180°C/2h + ref. 230°C/min + 775°C/8h	25EDM19	36.07	0.915	411	23	153
1180°C/2h + ref. 30°C/min jusqu'à 1000°C, chauffe jusqu'à 1115°C, maintien 5 min, puis ref. 100°C/min + 775°C/8h	35P15	35.43	0.929	408	23	772
1180°C/2h + 40°C/min jusqu'à 1000°C, chauffe jusqu'à 1140°C, maintien 5 min, puis ref. 100°C/min + 775°C/8h	35P16	36.18	0.903	414	23	516

**Tableau 5-1 : Récapitulatif des essais de propagation de fissure réalisés en fatigue-fluage à 650°C sur les dix microstructures sélectionnées. \* Résultats non exploitables car la fissure ne s'est pas propagée de manière symétrique sur les deux faces de l'éprouvette.**

*Remarque : pour deux microstructures (double-pente et refroidissement 50°C/min), la fissure ne s'est pas amorcée avec un  $\Delta K$  initial de 23 MPa. $\sqrt{m}$ , et la charge a dû être augmentée pour avoir un  $\Delta K$  initial de 24 MPa. $\sqrt{m}$  (cas du double-pente) et de 23.75 MPa. $\sqrt{m}$  (cas du refroidissement 50°C/min).*

Traitement thermique	Référence éprouvette	Section (mm <sup>2</sup> )	a <sub>0</sub>	$\sigma_{\max}$ initiale (MPa)	$\Delta K$ initial (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Nombre de cycles
1180°C/2h + ref. 100°C/min + 775°C/8h + 750°C/500h	35P12	36.46	0.933	407	23	429
	35P13	36.07	0.926	408	23	2231

Tableau 5-2 : Essais de propagation de fissure réalisés en fatigue-fluage à 650°C sur les éprouvettes traitées selon le traitement de référence (SUP + R100 + r775) puis vieillies à 750°C pendant 500 h.



- ▲ SUP + R100 + r775 (25EDM03)      △ SUP + R100 + r775 (35P01)
- ◆ SUB + R100 + r750 (29EDM22)      ◇ SUB + R100 + r750 (25EDM11)
- SUP + R230 + r775 (25EDM19)      ● SUP + R50 + r775 (35P06)
- ▲ SUP + R100 + r700 (35P02)      ▲ SUP + R100 + r800 (35P14)
- ▲ SUP + R100 + r825 (25EDM07)      ■ SUP + DP + r775 (25EDM14)
- SUP + P1115 + r775 (35P15)      ■ SUP + P1140 + r775 (35P16)

Figure 5-6 : Variation de la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C en fonction du traitement thermique appliqué.

## 5.2 Résultats expérimentaux

Les courbes représentant la vitesse de propagation de fissure en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes des dix microstructures testées sont présentées Figure 5-6.

Quel que soit le traitement thermique considéré, il faut attendre un certain nombre de cycles pour détecter une augmentation du potentiel correspondant à l'apparition d'une fissure. Cette phase correspond à l'initiation de la fissure sur l'entaille, puisqu'il n'y a pas d'étape de pré-fissuration en fatigue pour amorcer la fissure. Lorsque la fissure est amorcée, la vitesse de propagation de fissure augmente rapidement avec  $\Delta K$  jusqu'à atteindre un régime de propagation de fissure stabilisé pour des valeurs de  $\Delta K$  comprises entre 25 et 32 MPa.m<sup>1/2</sup>, qui dépendent des microstructures testées. Ce régime stabilisé est appelé « régime de Paris », et est décrit par la loi de Paris :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m$$

avec  $C$  et  $m$  des constantes liées au matériau [PARIS, 1961].

Les courbes présentées Figure 5-6 montrent qu'il y a un effet de la microstructure sur la vitesse de propagation de fissure. Cet effet est plus ou moins marqué en fonction des modifications microstructurales (taille de grains, précipitation de la phase  $\gamma'$ ) introduite par le traitement thermique.

## 5.3 Effet des paramètres de traitements thermiques et de la microstructure

En modifiant la taille de grains et la distribution des précipités  $\gamma'$ , le traitement thermique a une influence sur la vitesse de propagation de fissure. L'effet de chacun des paramètres de traitements thermiques (traitement de mise en solution, conditions de refroidissement et température de revenu) a été étudié séparément.

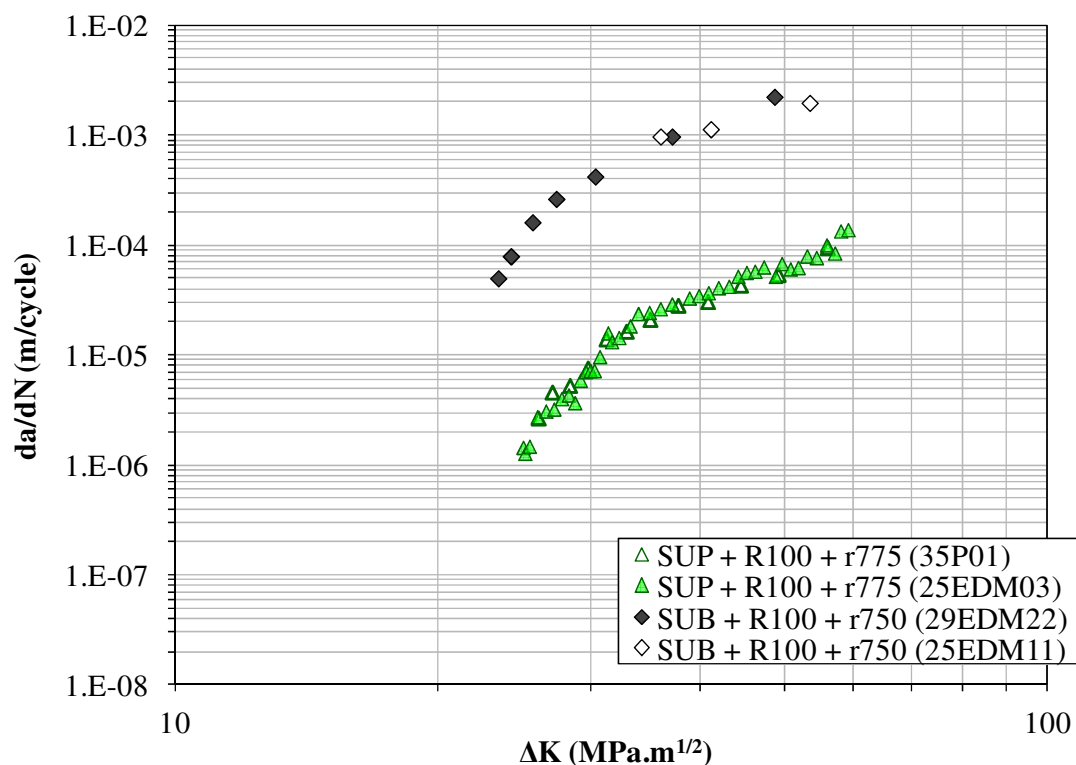
### 5.3.1 Température de mise en solution

La vitesse de propagation de fissure mesurée dans le cas de la microstructure issue du traitement thermique subsolvus (SUB + R100 + r750) est comparée avec celle mesurée dans le cas de la microstructure issue du traitement thermique supersolvus de référence (SUP + R100 + r775) sur la Figure 5-7.

Ces courbes montrent que la température de mise en solution a une influence significative sur la vitesse de propagation de fissure. Pour une même valeur de  $\Delta K$ , la vitesse de propagation de fissure dans le cas de la microstructure traitée subsolvus est de 30 à 40 fois plus élevée que dans le cas de la microstructure traitée supersolvus.

Une mise en solution à une température inférieure à la température de solvus des  $\gamma'$  primaires conduit à une microstructure à grains fins, tandis qu'une mise en solution supersolvus conduit à une microstructure à gros grains. Ainsi, la taille moyenne des grains mesurés après un traitement supersolvus est de 5  $\mu\text{m}$ , alors que la taille moyenne des grains mesurés après un traitement subsolvus est de 25  $\mu\text{m}$  (cf. Chapitre 3, § 3.2.2). La microstructure à gros grains

présente une vitesse de propagation de fissure plus faible que la microstructure à petits grains. Il y a donc un effet significatif de la taille de grains sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage.



**Figure 5-7 : Comparaison des vitesses de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C après une mise en solution subsolvus à 1120°C / 4 h et après une mise en solution supersolvus à 1180°C / 2 h, suivies d'un refroidissement à 100°C/min et d'un revenu de 8 h, respectivement à 750°C et 775°C.**

Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus dans de nombreuses études, qui ont montré que la vitesse de propagation de fissure est généralement plus élevée dans une microstructure à grains fins que dans une microstructure à gros grains [SIMS, 1987], aussi bien dans le cas de superalliages élaborés par métallurgie des poudres comme l'AD5 [AUGUSTINS-LECALLIER, 2011], l'alliage 10 [TELESMAN, 2004], le LSHR [GAYDA, 2004], le RR1000 [MITCHELL, 2008-B], le N18 [SANSOZ, 2000] et l'Udimet720Li [HIDE, 2000], que dans les cas d'alliages coulés forgés comme l'Inconel 718 [PEDRON, 1982].

Une des hypothèses avancées dans la littérature [HIDE, 2000 ; PÉDRON, 1982] est que la vitesse de propagation de fissure est liée à la résistance des joints de grains à l'oxydation. Ainsi, la meilleure résistance à la propagation de fissure d'une microstructure à gros grains par rapport à une microstructure à petits grains, serait due à la surface de joints de grains plus faible dans la microstructure à gros grains que dans la microstructure à petits grains [HIDE, 2000 ; PÉDRON, 1982].



### 5.3.2 Conditions de refroidissement

Plusieurs conditions de refroidissement ont été étudiées :

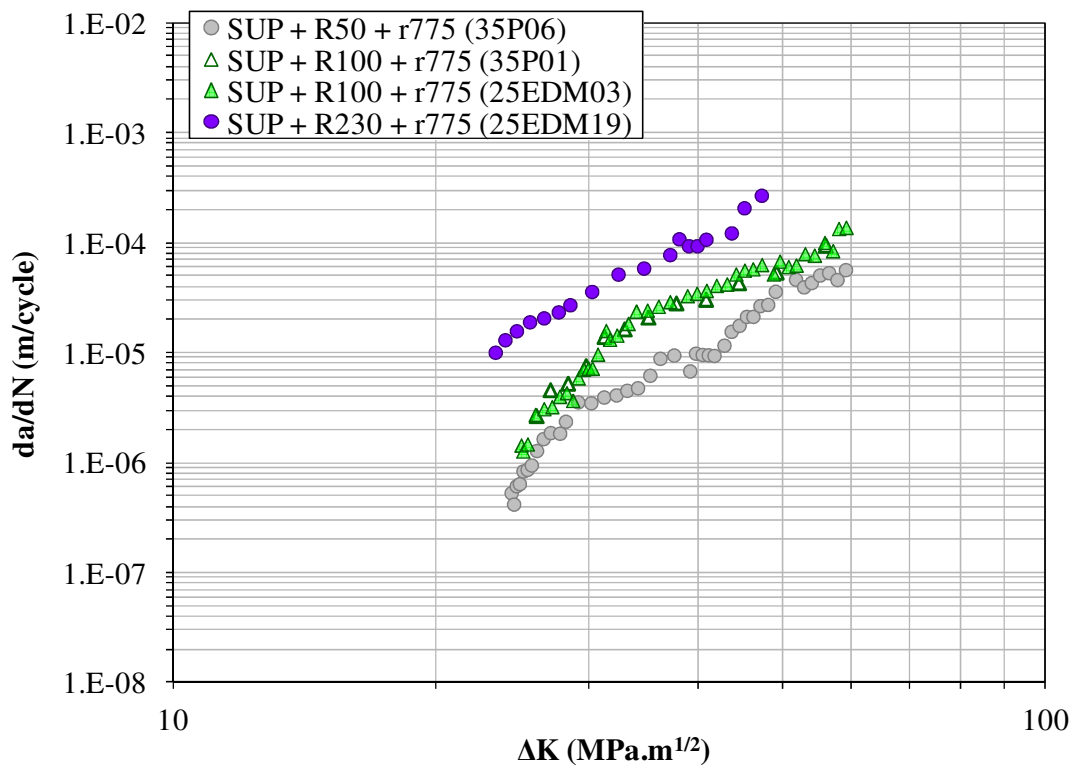
- 50°C/min,
- 100°C/min,
- 230°C/min,
- 16°C/min jusqu'à 1080°C puis 110°C/min (refroidissement double-pente, noté DP),
- 30°C/min jusqu'à 1000°C puis chauffe jusqu'à 1115°C, maintien 5 min, puis refroidissement à 100°C/min (refroidissement à palier, noté P1115),
- 40°C/min jusqu'à 1000°C puis chauffe jusqu'à 1140°C, maintien 5 min, puis refroidissement à 100°C/min (refroidissement avec palier, noté P1140).

Un revenu a ensuite été effectué à 775°C pendant 8 h après les refroidissements à vitesse constante et après les refroidissements avec palier, et à 750°C pendant 8 h après le refroidissement double-pente. Le choix de ces températures de revenu a été expliqué dans le Chapitre 4.

Les microstructures résultant d'un refroidissement à vitesse constante sont différentes des microstructures issues du refroidissement double-pente et des refroidissements à palier. Aussi, ces trois types de refroidissement sont distingués par la suite.

#### Cas des refroidissements à vitesse constante

Les courbes représentant la vitesse de propagation de fissure en fonction de  $\Delta K$  dans le cas des microstructures traitées avec différentes vitesses de refroidissement sont présentées Figure 5-8.



**Figure 5-8 : Comparaison des vitesses de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C en fonction de la vitesse de refroidissement après une mise en solution supersolvus 1180°C / 2 h. Après refroidissement, un traitement de revenu de 8 h à 775°C a été effectué.**

Les courbes montrent que la vitesse de refroidissement a un effet important sur la vitesse de propagation de fissure. Pour une même valeur de  $\Delta K$ , la vitesse de propagation de fissure est d'autant plus élevée que la vitesse de refroidissement est grande. Les vitesses de propagation de fissure les plus faibles ont été mesurées pour l'éprouvette refroidie à 50°C/min.

Comme il a été montré au Chapitre 3 (§ 3.3.1), la modification des conditions de refroidissement entraîne une modification de la précipitation des  $\gamma'$  secondaires, ce qui se traduit par une variation de la taille, de la morphologie, et de la distribution (distance entre les précipités) des  $\gamma'$  secondaires en fonction des conditions de refroidissement.

Les observations en microscopie électronique à balayage des microstructures des éprouvettes testées ont été présentées au Chapitre 4 (§ 4.2). La microstructure issue du traitement thermique avec un refroidissement à 230°C/min présente les précipités  $\gamma'$  secondaires les plus petits (environ 140 nm) et les couloirs les plus étroits (environ 40 nm). Les microstructures issues des traitements thermiques avec les vitesses de refroidissement à 100°C/min et à 50°C/min sont assez proches. La distance entre les précipités  $\gamma'$  est proche pour ces deux microstructures, et est d'environ 60 nm. Cependant, cette distance paraît un peu plus grande après le refroidissement à 50°C/min qu'après le refroidissement à 100°C/min. La taille des  $\gamma'$  secondaires est également plus grande après le refroidissement à 50°C/min (environ 250 nm) qu'après le refroidissement à 100°C/min (environ 190 nm).

Plusieurs auteurs se sont intéressés à l'effet de la vitesse de refroidissement lors du traitement thermique sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage. Ils ont constaté qu'une augmentation de la vitesse de refroidissement, et donc une réduction de la taille des  $\gamma'$  secondaires, entraînait une augmentation de la vitesse de propagation de fissure dans le cas du René 95 [CHANG, 1990], du LSHR [TELESMAN, 2008 ; GABB, 2008], de l'alliage 10 [TELESMAN, 2004] et de l'alliage N18 [HOCHSTETTER, 1994 ; CHASSAIGNE, 1997].

La vitesse de propagation de fissure semble donc être fortement liée à la distribution des  $\gamma'$  secondaires.

Plusieurs auteurs se sont intéressés à la capacité à relaxer les contraintes en pointe de fissure. Ils ont émis l'hypothèse que la taille et la distribution des précipités  $\gamma'$  ont un impact sur le taux de relaxation des contraintes en pointe de fissure pendant le temps de maintien, et ont donc une influence sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage [HOCHSTETTER, 1994 ; CHASSAIGNE, 1997 ; TELESMAN, 2004].

#### Cas du refroidissement double-pente

La microstructure issue de traitement thermique avec un refroidissement double-pente (SUP + DP + r750) présente une vitesse de propagation de fissure relativement faible (Figure 5-9).

La microstructure obtenue avec ce type de refroidissement est particulière, car elle présente des précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération en plus des précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération et des précipités  $\gamma'$  tertiaires.

Kissinger *et al.* ont étudié l'effet d'un refroidissement double-pente sur la microstructure et la vitesse de propagation de fissure du René88DT [KISSINGER, 1996]. Ils ont étudié deux vitesses de la première partie du refroidissement et deux températures de transition entre les deux vitesses de refroidissement et ont constaté que :

- la vitesse de propagation de fissure est légèrement plus basse lorsque la première vitesse de refroidissement est plus lente,

- la vitesse de propagation de fissure est nettement moins élevée lorsque la température de transition est plus basse,
- la température de transition avait un effet plus marqué sur la vitesse de propagation de fissure que la vitesse de la première partie du refroidissement.

Les vitesses de propagation de fissure les plus basses correspondent aux microstructures présentant la taille des  $\gamma'$  secondaires la plus grande. Ils ont observé un effet plus important de la première vitesse de refroidissement sur la taille des  $\gamma'$  secondaires par rapport à la température de transition entre les deux pentes de refroidissement.

Toutefois, contrairement aux observations présentées ici, ils n'ont pas observé trois distributions de taille de  $\gamma'$ , mais seulement deux distributions, correspondant aux  $\gamma'$  secondaires et aux  $\gamma'$  tertiaires.

En première analyse, le fait que la vitesse de propagation de fissure dans la microstructure du N19 issue d'un traitement comportant un refroidissement double-pente soit faible est à relier à la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération et les précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération qui est proche de la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de la microstructure issue du refroidissement à 50°C/min.

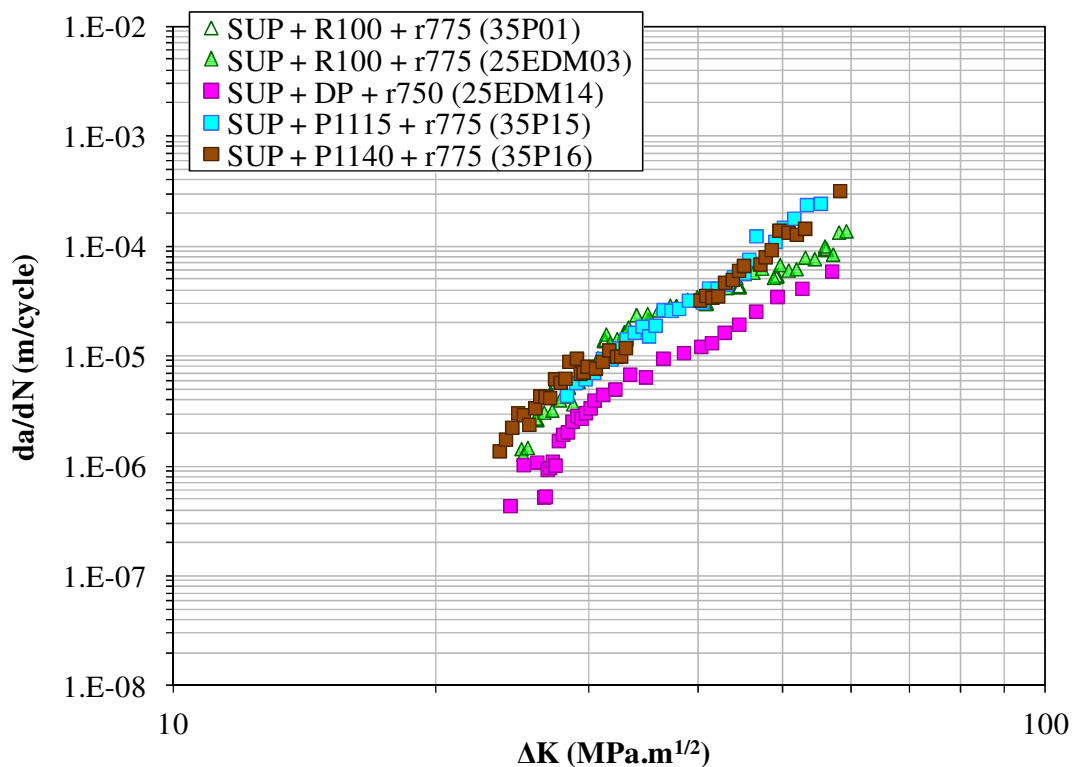


Figure 5-9 : Comparaison des vitesses de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C entre les microstructures issues des traitements comportant un refroidissement double-pente, les microstructures issues des traitements comportant des refroidissements avec un palier et la microstructure issue du traitement de référence avec un refroidissement à 100°C/min.

Cas des refroidissements avec palier de ré-homogénéisation de la matrice

Les vitesses de propagation de fissure mesurées dans le cas des microstructures issues d'un traitement supersolvus comportant un refroidissement avec un palier (SUP + P1115 + r775 et SUP + P1140 + r775) sont comparées sur la Figure 5-9 avec les vitesses de propagation de fissure mesurées dans le cas de la microstructure issue du traitement de référence (SUP + R100 + r775). Les courbes sont quasiment superposées, sauf pour les valeurs de  $\Delta K$  les plus élevées.

Telesman *et al.* ont appliqué sur l'alliage expérimental *alloy 10* des traitements thermiques comportant une mise en solution supersolvus suivi d'un refroidissement avant de remonter à une température subsolvus [TELESMAN, 2004]. Ils ont constaté que cette seconde montée en température conduisait à une seconde précipitation de  $\gamma'$  secondaires de plus petite taille, et donc à des microstructures proches de celles que nous avons observés après un refroidissement comportant un palier. Cependant, contrairement à nos résultats, ils ont observé une augmentation de la vitesse de propagation de fissure par rapport à une microstructure traitée supersolvus sans étape de remontée en température à une température subsolvus.

### 5.3.3 Température de revenu

L'effet de la température d'un revenu de 8 h sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage a été étudié, après une mise en solution à 1180°C pendant 2 h suivie d'un refroidissement à 100°C/min. Les résultats sont présentés Figure 5-10.

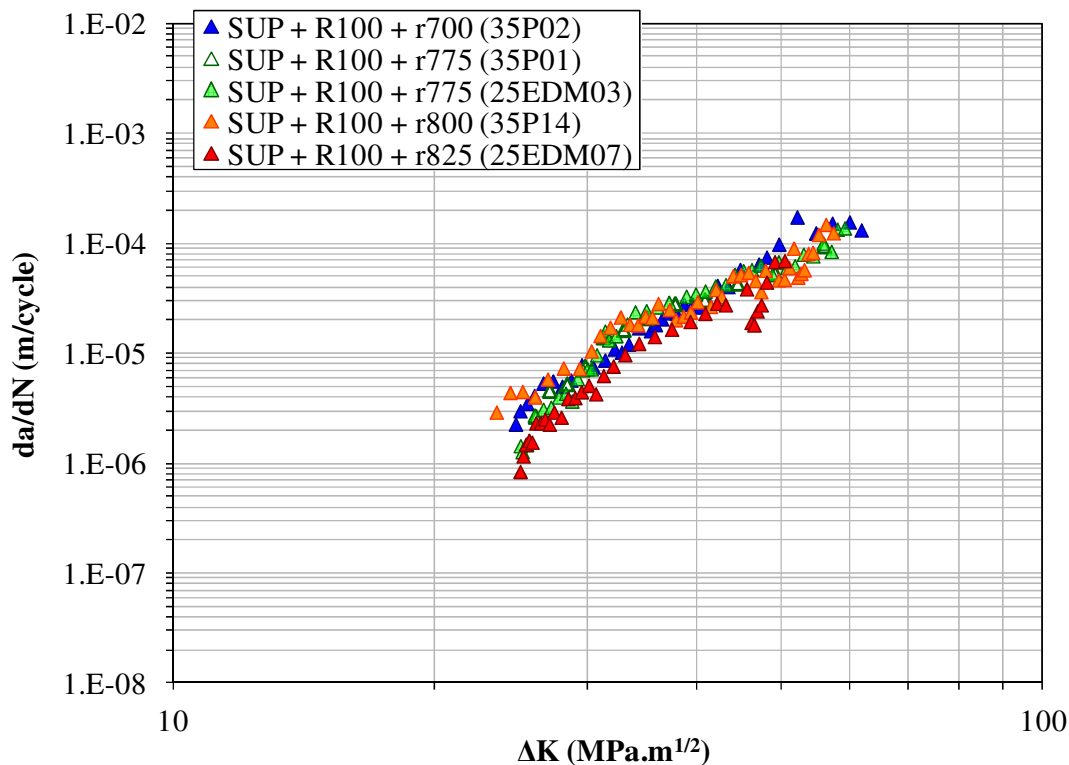


Figure 5-10 : Comparaison des vitesses de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C en fonction de la température de revenu après un traitement à 1180°C / 2 h suivi d'un refroidissement à 100°C/min.

Quelle que soit la température de revenu, les vitesses de propagation de fissure en fatigue-fluage mesurées sont très proches. La microstructure obtenue après un revenu à la plus haute température étudiée (825°C / 8 h) présente une vitesse de propagation de fissure légèrement plus basse que les autres. Cependant, la différence de vitesse de propagation de fissure est trop faible pour être considérée comme significative. La température de revenu n'a pas donc une influence manifeste sur la vitesse de propagation de fissure du N19 après une mise en solution supersolvus à 1180°C pendant 2 h suivie d'un refroidissement à 100°C/min.

Ces résultats vont à l'encontre des résultats obtenus par Telesman *et al.* [TELESMAN, 2008] et Gabb *et al.* [GABB, 2008] qui ont observé un effet de la taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires et des conditions de revenu sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage de l'alliage LSHR. Ils ont constaté une vitesse de propagation de fissure plus basse lorsque la température de revenu et/ou le temps de revenu augmente, et donc lorsque la taille des  $\gamma'$  tertiaires augmente.

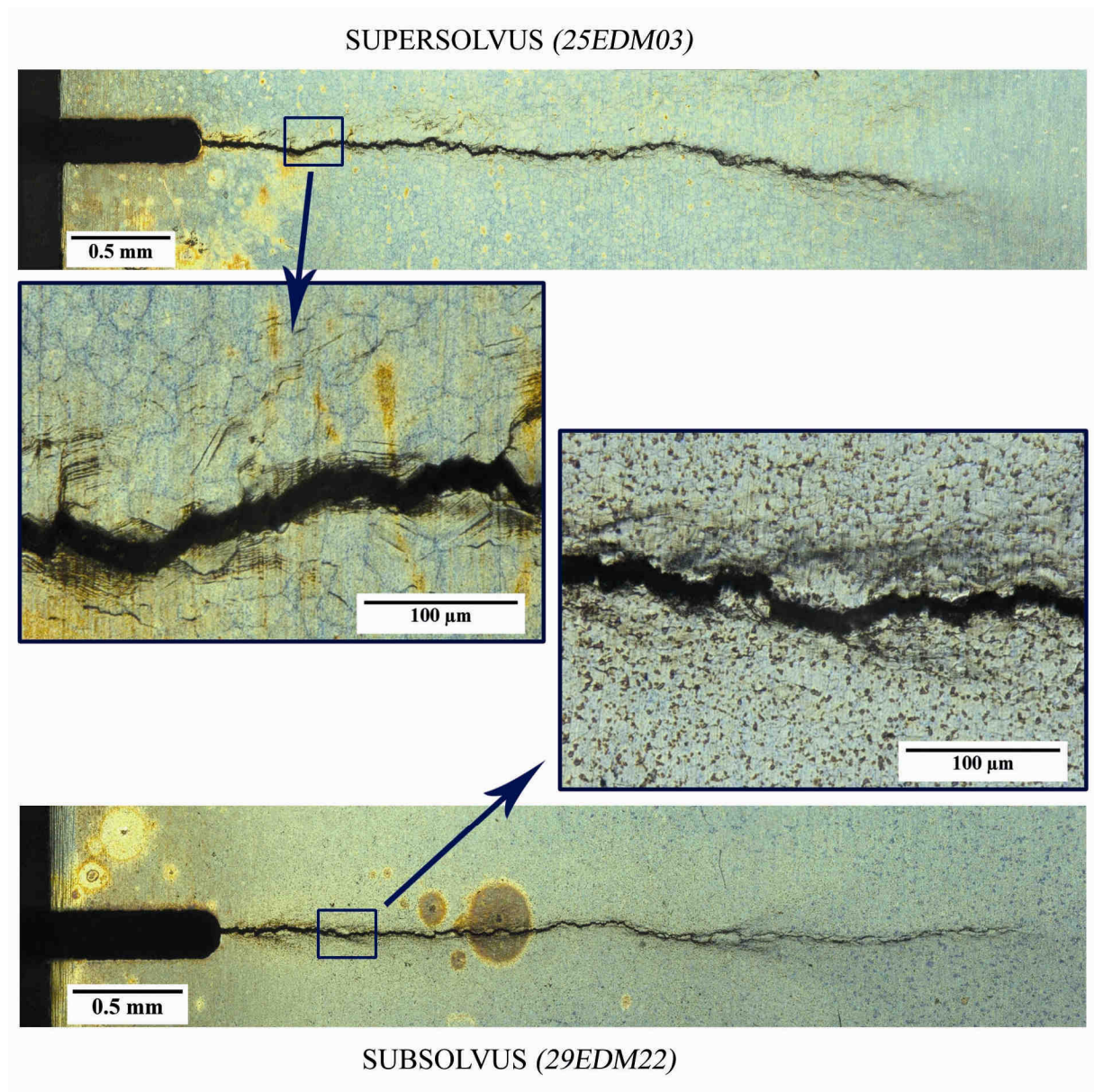
Cependant, les observations effectuées en microscopie en transmission sur l'alliage N19 (cf. Chapitre 3, § 3.4) ont montré que la précipitation de  $\gamma'$  tertiaires est localisée dans l'alliage N19, contrairement à la microstructure du LSHR où les précipités  $\gamma'$  tertiaires sont bien répartis entre les précipités  $\gamma'$  secondaires. Les précipités  $\gamma'$  tertiaires sont présents uniquement dans les zones dépourvues de  $\gamma'$  secondaires et dans les couloirs les plus larges, qui ne sont pas majoritaires. Après un refroidissement à 100°C/min, la place laissée aux  $\gamma'$  tertiaires entre les  $\gamma'$  secondaires semble être trop réduite pour pouvoir voir un effet du revenu, et donc de la taille des  $\gamma'$  tertiaires, sur la vitesse de propagation de fissure.

#### **5.3.4 Chemins de propagation de fissure et faciès de rupture**

Des observations du chemin de fissure ont été effectuées en cours d'essais, lors d'interruptions, pour procéder à la mesure optique de la longueur de fissure sur les faces de l'éprouvette. De telles observations ont aussi été réalisées à la fin des essais.

Les observations effectuées à la fin de l'essai montrent que la fissure est globalement perpendiculaire à la direction de sollicitation (Figure 5-11). Les observations sur la microstructure supersolvus (SUP + R100 + r775) montrent que les joints de grains sont marqués par l'oxydation, et qu'il y a un endommagement des joints de grains, mais également des grains (on remarque des bandes de glissement dans les grains proches de la fissure).

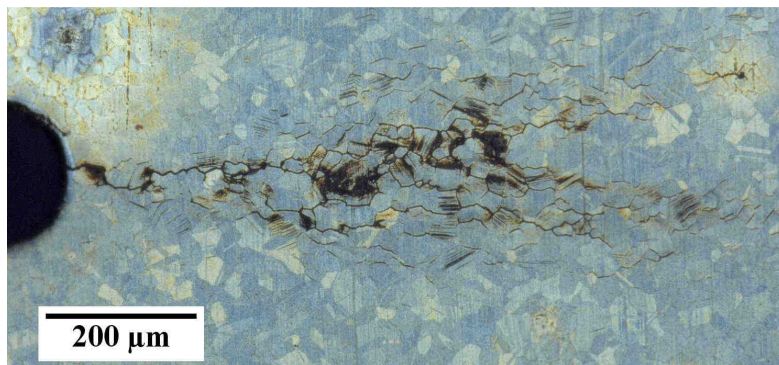




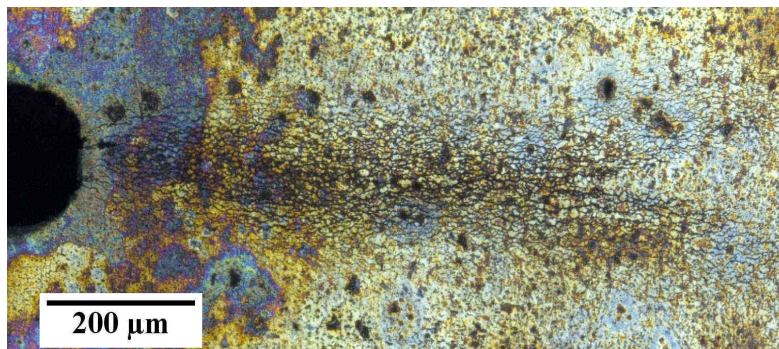
**Figure 5-11 : Comparaison des chemins de propagation de fissure entre la microstructure issue du traitement supersolvus de référence (SUP + R100 + r775) et la microstructure issue du traitement subsolvus (SUB + R100 + r750).**

Des observations effectuées au cours de deux essais sont présentées Figure 5-12 et montrent que :

- la propagation de fissure est principalement intergranulaire, aussi bien dans le cas de la microstructure issue du traitement subsolvus (SUB + R100 + r750, Figure 5-12-a) que dans le cas de la microstructure issue du traitement supersolvus (SUP + R100 + r775, Figure 5-12-b),
- les joints de grains sont très endommagés dans le voisinage de la fissure.

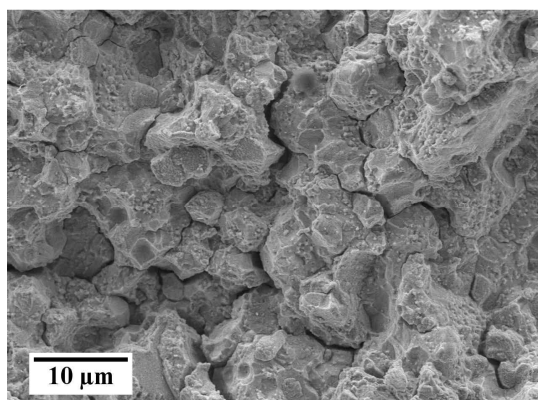


a) Supersolvus (35P01)  
 $\Delta K = 30.5 \text{ MPa.m}^{1/2}$   
 $a = 1.4 \text{ mm}$

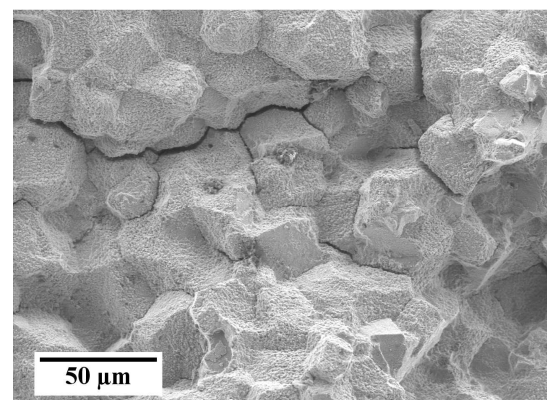


b) Subsolvus (25EDM11)  
 $\Delta K = 31 \text{ MPa.m}^{1/2}$   
 $a = 1.6 \text{ mm}$

Figure 5-12: Propagation intergranulaire des fissures à partir de l'entaille (observations en surface en microscopie optique lors d'une interruption de l'essai).



a) Subsolvus (29EDM22)



b) Supersolvus (35P01)

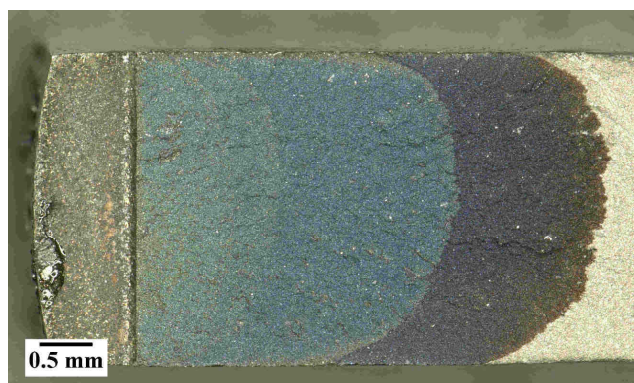
Figure 5-13 : Observation des faciès de rupture en MEB après essais de propagation de fissure à 650°C à environ  $a = 2.4 \text{ mm}$ ,  $\Delta K = 40 \text{ MPa.m}^{1/2}$  (le sens de propagation de la fissure est indiqué par la flèche).



Les observations des faciès de rupture présentées Figure 5-13 montrent que la propagation de fissure est majoritairement intergranulaire, aussi bien dans le cas de la microstructure à grains fins issue du traitement subsolvus (SUB + R100 + r750, Figure 5-13-a), que dans le cas de la microstructure à gros grains obtenue par le traitement supersolvus de référence (SUP + R100 + r775, Figure 5-13-b).

Des observations plus poussées seraient nécessaires afin de quantifier le taux de rupture intergranulaire des faciès des éprouvettes issues des traitements supersolvus suivis de différentes conditions de refroidissement. Il est possible que les faciès de rupture soient mixtes, et que le taux de rupture intergranulaire varie en fonction de la microstructure considérée.

L'observation du faciès de rupture en microscopie optique de la Figure 5-14 montre que la surface est oxydée dans la zone de propagation de la fissure. Cette oxydation permet de révéler la forme du front de fissure. Ce front de fissure est fortement courbé : la vraie longueur de fissure est supérieure à celle mesurée au cours de l'essai sur les faces latérales de l'éprouvette. En toute rigueur, il faudrait, à partir de l'oxydation de ces faciès de rupture lorsque cela est possible, corriger les valeurs de longueurs de fissure mesurées sur les faces de l'éprouvette au cours de l'essai par les valeurs mesurées sur le faciès en fin d'essai en utilisant la méthode des neufs points présentées dans la norme NF A03-404 [NF A03-404].



**Figure 5-14 : Observation en microscopie optique du faciès de rupture de l'éprouvette issue du traitement subsolvus 1120°C / 4 h + ref. 100°C/min + revenu 750°C / 8 h (29EDM22).**

## 5.4 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié l'influence des paramètres de traitements thermiques et de la microstructure sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage de l'alliage N19.

Les deux paramètres de traitements thermiques qui ont le plus d'effet sur la vitesse de propagation de fissure sont la température de mise en solution et les conditions de refroidissement. Ces deux paramètres ont une influence, respectivement sur la taille de grains, et sur la distribution des précipités  $\gamma'$  secondaires.

Les microstructures à gros grains (traitements supersolvus) présentent une meilleure résistance à la propagation de fissure que la microstructure à grains fins (traitement subsolvus).

Parmi les microstructures supersolvus, la microstructure présentant les plus larges  $\gamma'$  secondaires et les couloirs plus larges entre ces précipités offre une meilleure résistance à la propagation de fissure que les microstructures avec des précipités  $\gamma'$  secondaires plus petits et des couloirs de matrice plus étroits.

La microstructure issue du traitement supersolvus avec un refroidissement double-pente présente la meilleure résistance à la propagation de fissure. Les microstructures issues des refroidissements avec palier présentent une vitesse de propagation de fissure similaire à celle de la microstructure supersolvus avec un refroidissement à 100°C/min, bien que les microstructures soient très différentes après un refroidissement à 100°C/min et après un refroidissement à palier.

Enfin, une modification de la température de revenu n'entraîne qu'un effet limité sur la résistance à la propagation de fissure, du moins après un refroidissement à 100°C/min.

Les essais de propagation de fissure menés sur différentes microstructures du N19 montrent que les conditions de refroidissement ont un effet plus marqué sur la vitesse de propagation de fissure que la température de revenu. Ces résultats vont à l'encontre de ceux de Telesman *et al.* qui ont constaté que l'effet des conditions de revenu était plus important sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage que l'effet des conditions de refroidissement ; ils ont supposé une forte relation entre la taille et la distribution des  $\gamma'$  tertiaires et la relaxation des contraintes [TELESMAN, 2008].

Afin de mieux comprendre les résultats des essais de propagation de fissure avec temps de maintien sur les microstructures sélectionnées, nous avons étudié le comportement en fatigue-relaxation de ces mêmes microstructures. C'est l'objet du Chapitre 6.



---

# Chapitre 6 - Comportement en fatigue-relaxation du N19

---

## Sommaire

---

<b>6.1</b>	<b>Description de l'essai .....</b>	<b>150</b>
6.1.1	Chargement appliqué .....	150
6.1.2	Moyens expérimentaux.....	152
<b>6.2</b>	<b>Influence des paramètres de traitements thermiques et de la microstructure .....</b>	<b>153</b>
6.2.1	Limite d'élasticité .....	156
6.2.2	Évolution des paramètres mécaniques .....	159
6.2.2.1	<i>Contrainte maximale et contrainte minimale.....</i>	<i>160</i>
6.2.2.2	<i>Contrainte moyenne et amplitude de déformation plastique.....</i>	<i>163</i>
6.2.2.3	<i>Courbes d'écrouissage cyclique .....</i>	<i>165</i>
6.2.2.4	<i>Contrainte en fin de relaxation.....</i>	<i>166</i>
6.2.3	Vitesses de déformation plastique.....	170
<b>6.3</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>175</b>

---

Des essais de fatigue-relaxation ont été réalisés afin de simuler, de manière approchée, le comportement du matériau dans la zone plastique située en pointe de fissure, lors de l'essai de propagation de fissure en fatigue-fluage. En effet, la résistance à la propagation de fissure est généralement associée à l'aptitude du matériau à relaxer les contraintes en pointe de fissure [HOCHSTETTER, 1994 ; CHASSAIGNE, 1997 ; TELESMA, 2004 ; TELESMA, 2008]. Les essais de fatigue-relaxation sont des essais complexes, qui permettent d'obtenir des informations très riches sur le comportement de l'alliage N19 en fonction des paramètres de traitements thermiques appliqués. De ce fait, l'analyse des résultats de ces essais de fatigue-relaxation n'est pas aisée. Un certain nombre de ces résultats sont présentés dans ce chapitre. L'analyse des résultats des essais de propagation de fissure en fatigue-fluage à l'aide de certains des résultats obtenus à partir des essais de fatigue-relaxation fera l'objet de la première partie du Chapitre 7.

## 6.1 Description de l'essai

### 6.1.1 Chargement appliqué

La méthode d'essai retenue consiste à réaliser un essai de type fatigue-relaxation avec incrément de l'amplitude de déformation mécanique, après 20 cycles à amplitude de déformation mécanique constante. L'intérêt d'un tel essai est d'étudier le comportement mécanique cyclique avec temps de maintien de l'alliage N19, pour plusieurs amplitudes de déformation totale, et ceci au cours d'un seul essai et sur une seule éprouvette. En effet, le nombre important de microstructures différentes à caractériser (dix microstructures) ne permet pas la multiplication du nombre d'essais pour chacune de ces microstructures.

Les essais ont été réalisés en contrôle de déformation, avec un rapport de déformation  $R_\varepsilon = \frac{\varepsilon_{min}}{\varepsilon_{max}} = 0$ .

Un cycle consiste à appliquer un chargement en 10 secondes, jusqu'à un certain niveau de déformation totale  $\varepsilon_i$ , puis à maintenir cette déformation constante pendant 900 secondes, avant de retourner à déformation nulle en 10 secondes (voir Figure 6-1). Les boucles contrainte-déformation ne sont donc pas symétriques. Le temps de maintien de 900 secondes permet d'étudier la capacité de relaxation des différentes microstructures de l'alliage N19. Ce temps de maintien a été choisi suffisamment long pour laisser le temps au matériau de relaxer, mais suffisamment court pour que la durée de l'essai reste raisonnable.

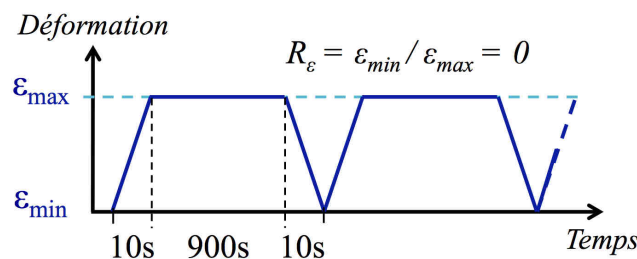
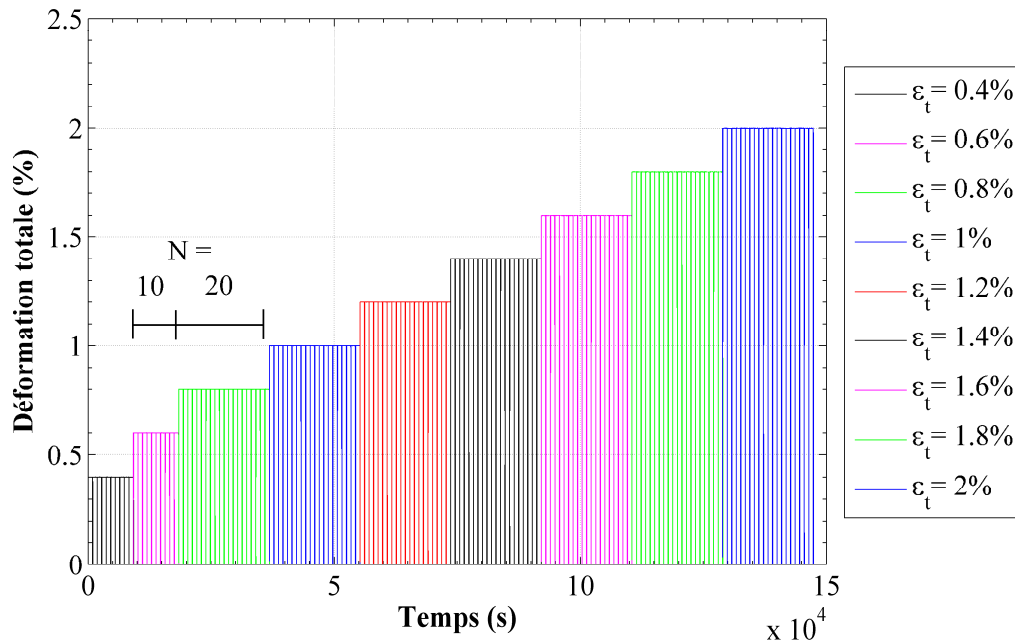


Figure 6-1 : Schéma du chargement appliqué pour les essais de fatigue-relaxation.

Dans la procédure d'essai, neuf niveaux de déformation totale ont été appliqués, de 0.4 % à 2 %, avec un incrément de 0.2 % (Figure 6-2). Pour les niveaux à 0.4 % et à 0.6 % de

déformation, seulement 10 cycles ont été réalisés, car la relaxation est très faible pour ces amplitudes de déformation, et un régime stabilisé est rapidement atteint. Ceci permet en outre de réduire la durée de l'essai (41 h au lieu de 46 h).

*Remarque : lors de la présentation des résultats, pour éviter d'alourdir le texte, il ne sera plus précisé que 10 cycles ont été réalisés aux niveaux 0.4 % et 0.6 %, et 20 cycles pour les autres niveaux.*



**Figure 6-2 : Étendue de déformation totale appliquée lors des essais de fatigue-relaxation (avec N le nombre de cycles).**

Quelle que soit l'amplitude de déformation appliquée, la durée des étapes de chargement et de retour à déformation nulle est de 10 secondes. De ce fait, les vitesses de déformation appliquées augmentent avec l'amplitude de déformation imposée (voir Tableau 6-1).

$\Delta \varepsilon_t = \varepsilon_{\max} - \varepsilon_{\min}$	0.4 %	0.6 %	0.8 %	1 %	1.2 %	1.4 %	1.6 %	1.8 %	2 %
$\frac{d\varepsilon}{dt} (s^{-1})$	$4.10^{-4}$	$6.10^{-4}$	$8.10^{-4}$	$1.10^{-3}$	$1.2 \cdot 10^{-3}$	$1.4 \cdot 10^{-3}$	$1.6 \cdot 10^{-3}$	$1.8 \cdot 10^{-3}$	$2.10^{-3}$

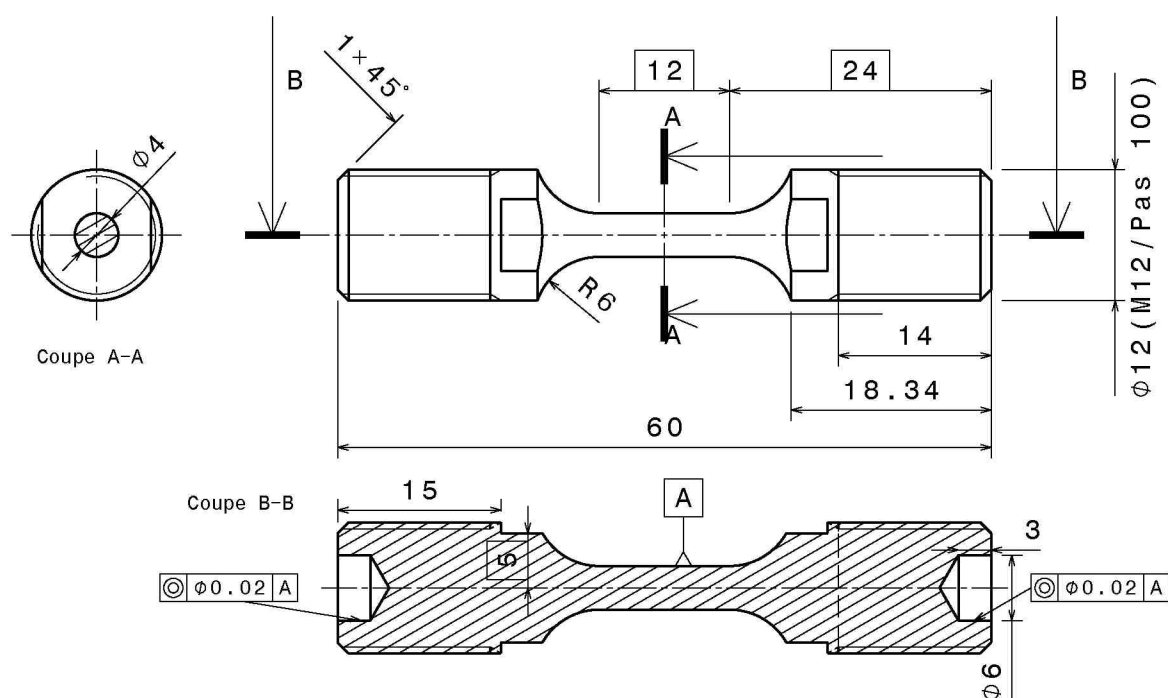
**Tableau 6-1 : Vitesses de déformation lors du chargement et du déchargement en fonction du niveau de déformation mécanique  $\Delta \varepsilon_t$  appliqué.**

Les essais ont été réalisés à 650°C, sous air. Cette température correspond à la température maximale atteinte dans la partie chaude du disque de turbine (voir Chapitre 1, § 1.1).

*Remarque : ces essais étant isothermes, la déformation totale correspond à la déformation mécanique.*

### 6.1.2 Moyens expérimentaux

Des éprouvettes cylindriques et lisses (de type LCF) ont été utilisées pour réaliser les essais de fatigue-relaxation. Le plan de ces éprouvettes est présenté Figure 6-3. Ces éprouvettes ont été usinées dans les ébauches traitées thermiquement. Avant l'essai, les éprouvettes ont été polies en utilisant des grains de SiC de plus en plus fins, puis de la pâte diamantée jusqu'à une granulométrie de  $1\text{ }\mu\text{m}$ . Le polissage a été réalisé dans le sens long, afin de supprimer les défauts de surface circonférentiels causés par l'usinage. Des défauts de ce type pourraient constituer des sites d'amorçage de fissures, et conduire à la rupture prématurée de l'éprouvette.



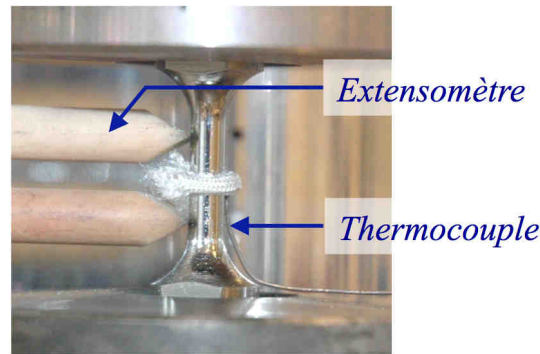
**Figure 6-3 : Éprouvette cylindrique de type LCF utilisée pour les essais de fatigue-relaxation (les dimensions sont en mm).**

Les essais ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique Instron 8502 (il s'agit de la même machine que celle utilisée pour les essais de propagation de fissure en fatigue-fluage, voir Chapitre 5, § 5.1.4, Figure 5-3).

L'éprouvette est portée à  $650^{\circ}\text{C}$  dans un four comportant quatre lobes elliptiques, les éléments chauffants étant quatre lampes à incandescence halogène. La température du four est pilotée à l'aide d'une régulation Eurotherm 2704 et d'un thermocouple coaxial chromel-alumel (type K) maintenu au contact de l'éprouvette et positionné au milieu de la partie utile, comme le montre la Figure 6-4.

Les essais sont réalisés en contrôle de déformation. La déformation est mesurée à l'aide d'un extensomètre muni de couteaux en céramique (Figure 6-4), capable de travailler à  $650^{\circ}\text{C}$  (mais également jusqu'à  $1200^{\circ}\text{C}$ ).





**Figure 6-4 : Position de l'extensomètre et du thermocouple coaxial sur l'éprouvette lors des essais de fatigue-relaxation.**

## **6.2 Influence des paramètres de traitements thermiques et de la microstructure**

Les essais de type fatigue-relaxation ont été réalisés sur huit microstructures parmi les dix sélectionnées à l'issue de l'étude menée sur l'influence des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure du N19 (voir Chapitre 4). Les deux microstructures issues des traitements thermiques à palier n'ont pas pu être testées car les traitements thermiques n'ont pu être réalisés que tardivement dans le projet. Le détail des paramètres des traitements thermiques sélectionnés est donné dans le Tableau 6-2.

On remarquera que, pour trois microstructures parmi les huit testées, il y a eu rupture des éprouvettes avant la fin de l'essai. Il s'agit, pour deux d'entre elles, des microstructures présentant les limites d'élasticité les plus élevées à 650°C (voir § 6.2.1) : la microstructure issue du traitement subsolvus présentant une microstructure à grains fins (SUB + R100 + r750), et la microstructure issue du traitement supersolvus avec la vitesse de refroidissement la plus élevée (SUP + R230 + r775), présentant une microstructure à gros grains. Il s'agit de la microstructure avec les précipités  $\gamma'$  secondaires les plus fins (140 nm) et les couloirs entre ces précipités les plus étroits (40 nm) parmi les microstructures issues des traitements supersolvus. La troisième éprouvette qui s'est rompue avant la fin de l'essai, est issue du traitement thermique supersolvus avec la température de revenu la plus basse (SUP + R100 + r700). L'observation des faciès de rupture est présentée dans l'Annexe E4.

Éprouvette	Dénomination	Traitement thermique	Observations
25EDM01	SUP + R100 + r775	1180°C/2h + ref. 100°C/min (98°C/min) + revenu 775°C/8h	-
25EDM10	SUB + R100 + r750	1120°C/4h + ref. 100°C/min (105°C/min) + revenu 750°C/8h	Rupture (dans la zone utile) au cours du 16 <sup>ème</sup> chargement à $\Delta\epsilon_t = 1.8 \%$
25EDM06	SUP + R100 + r700	1180°C/2h + ref. 100°C/min (98°C/min) + revenu 700°C/8h	Rupture (dans la zone utile) au cours du 15 <sup>ème</sup> chargement à $\Delta\epsilon_t = 1.8 \%$
29EDM24	SUP + R100 + r800	1180°C/2h + ref. 100°C/min (95°C/min) + revenu 800°C/8h	-
25EDM13	SUP + R100 + r825	1180°C/2h + ref. 100°C/min (104°C/min) + revenu 825°C/8h	-
25EDM16	SUP + R50 + r775	1180°C/2h + ref. 50°C/min (54°C/min) + revenu 775°C/8h	-
25EDM21	SUP + R230 + r775	1180°C/2h + ref. 250°C/min (230°C/min) + revenu 775°C/8h	Rupture (dans la zone utile) au cours du 6 <sup>ème</sup> chargement à $\Delta\epsilon_t = 2 \%$
25EDM08	SUP + DP + r750	1180°C/2h + ref. 25°C/min (16°C/min) jusqu'à 1080°C + ref. 100°C/min (112°C/min) + revenu 750°C/8h	-

**Tableau 6-2 : Références des éprouvettes et paramètres de traitements thermiques correspondants (les vitesses de refroidissement entre parenthèses correspondent aux vitesses de refroidissement réelles, mesurées lors du traitement thermique).**

La Figure 6-5 et la Figure 6-6 présentent l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation totale imposée lors de l'essai de fatigue-relaxation à 650°C, respectivement dans le cas de la microstructure issue du traitement thermique supersolvus dit « de référence » (SUP + R100 + r775), et dans le cas de la microstructure issue du traitement thermique subsolvus (SUB + R100 + r750). Tous les cycles ont été représentés sur ces deux figures.

Au premier abord, les courbes contrainte / déformation totale des microstructures issues des traitements supersolvus avec différentes conditions de refroidissement, ou avec différents traitements de revenu, sont plutôt similaires, c'est pourquoi seule la courbe de la microstructure issue du traitement supersolvus de référence est représentée Figure 6-5. Par contre, on observe une très nette différence de comportement entre les microstructures issues des traitements supersolvus et la microstructure issue du traitement subsolvus. Ainsi, dans le cas de la microstructure subsolvus, la contrainte maximale atteinte au premier cycle est nettement supérieure aux contraintes maximales atteintes au second cycle et aux cycles suivants, ce qui s'explique par la limite d'élasticité plus élevée, qui résulte de la taille de grains plus petite de la microstructure subsolvus par rapport aux microstructures supersolvus.

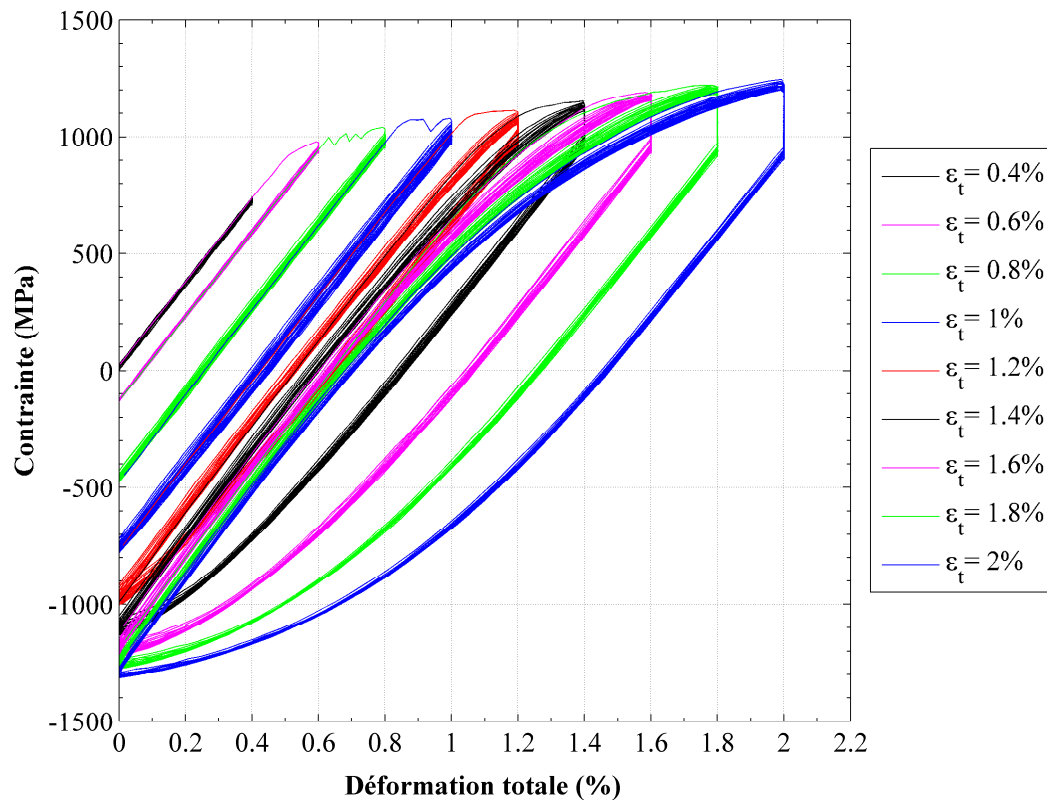


Figure 6-5 : Boucles de contrainte / déformation au cours de l'essai de fatigue-relaxation à 650°C de la microstructure de référence traitée supersolvus (SUP + R100 + r775, 25EDM01).

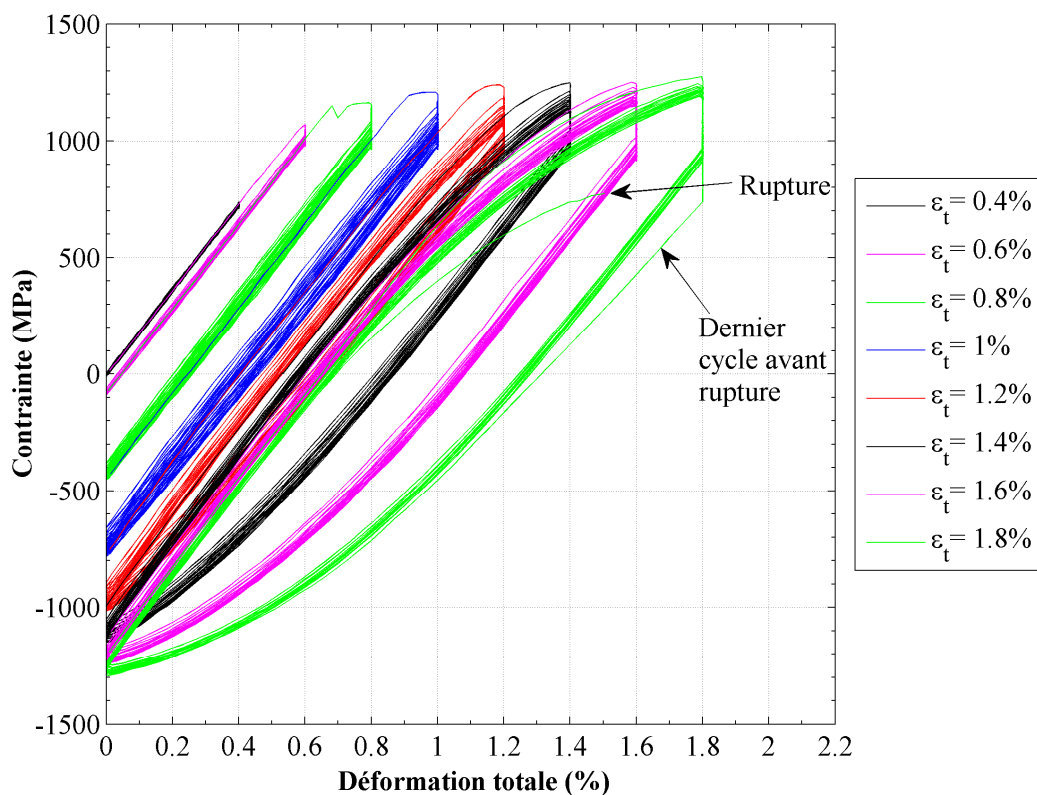


Figure 6-6 : Boucles de contrainte / déformation au cours de l'essai de fatigue-relaxation à 650°C dans le cas de la microstructure traitée subsolvus (SUB + R100 + r750, 25EDM10).

L'ensemble des courbes représentant l'évolution des contraintes en fonction de la déformation pour les huit microstructures testées sont présentées en Annexe E1.

À partir de ces essais de fatigue-relaxation, plusieurs grandeurs ont été étudiées dans le but d'établir un lien entre ces grandeurs et les différents paramètres microstructuraux (taille de grains, précipités  $\gamma'$  secondaires et tertiaires, largeur des couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires). Les grandeurs étudiées sont : la limite d'élasticité, les contraintes maximales et minimales, la contrainte moyenne, l'amplitude de déformation plastique, la contrainte atteinte en fin de relaxation, et la vitesse de déformation plastique. La contrainte relaxée et le volume d'activation ont également été étudiés : ces résultats sont présentés dans les Annexes E2 et E3.

### 6.2.1 Limite d'élasticité

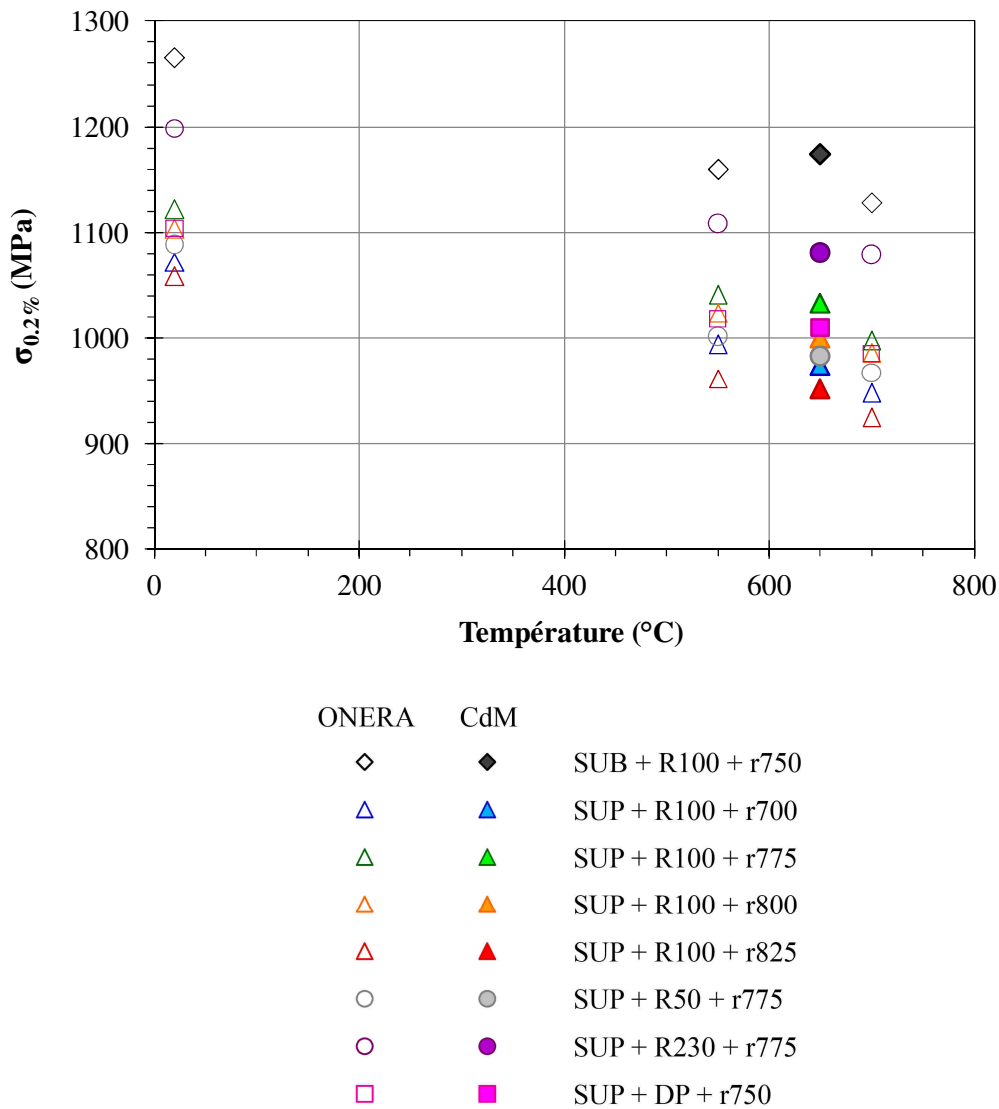
La limite d'élasticité à 0.2 % de déformation plastique,  $\sigma_{0.2\%}$ , a été déterminée à partir du premier cycle à 0.6 % de déformation ou du premier cycle à 0.8 % de déformation pour chacune des huit microstructures testées en fatigue-relaxation. Les valeurs de  $\sigma_{0.2\%}$  obtenues sont présentées par ordre croissant dans le Tableau 6-3.

Le module d'Young de l'alliage N19 à 650°C a également été mesuré à partir du premier déchargement effectué à 0.4 % de déformation, et a été évalué à une valeur comprise entre 180 et 190 GPa quelle que soit la microstructure testée.

Traitement thermique	Limite d'élasticité $\sigma_{0.2\%}$ à 650°C
SUP + R100 + r825 (25EDM13)	952 MPa
SUP + R100 + r700 (25EDM06)	974 MPa
SUP + R50 + r775 (25EDM16)	983 MPa
SUP + R100 + r800 (29EDM24)	1000 MPa
SUP + DP + r750 (25EDM08)	1010 MPa
SUP + R100 + r775 (25EDM01)	1033 MPa
SUP + R230 + r775 (25EDM21)	1081 MPa
SUB + R100 + r750 (25EDM10)	1174 MPa

**Tableau 6-3 : Limite d'élasticité  $\sigma_{0.2\%}$  mesurée à 650°C en fonction du traitement thermique.**

À 650°C, le classement de ces microstructures en fonction de leur limite d'élasticité est identique à celui obtenu à 20°C, à 550°C et à 700°C à partir des essais de traction réalisés par l'ONERA [ONERA, 2012], comme le montre le graphique de la Figure 6-7.



**Figure 6-7 : Comparaison des valeurs de limite d'élasticité déterminées à partir des essais de fatigue-relaxation à 650°C au Centre des Matériaux (symboles pleins) avec les valeurs de limite d'élasticité déterminées à partir des essais de traction à 20°C, à 550°C et à 700°C à l'ONERA [ONERA, 2012] (symboles vides).**

La température de mise en solution modifie de manière significative la limite d'élasticité : le traitement subsolvus conduit à une limite d'élasticité plus élevée que les traitements supersolvus. Cette différence est directement liée à la taille de grains. Après un traitement subsolvus, la microstructure présente des grains fins (taille moyenne de grains d'environ 5 µm), tandis qu'après un traitement supersolvus, la microstructure présente des gros grains (taille moyenne d'environ 25 µm).

Après un même traitement de mise en solution supersolvus (1180°C pendant 2 h) suivi d'un revenu à 775°C pendant 8 h, la limite d'élasticité est d'autant plus élevée que la vitesse de refroidissement est élevée. Ainsi, la limite d'élasticité mesurée dans le cas de la microstructure issue du traitement thermique avec un refroidissement à 230°C/min est plus élevée que celle de la microstructure issue du traitement thermique avec un refroidissement à 100°C/min, qui elle-même est plus élevée que la limite d'élasticité après un refroidissement à 50°C/min. L'observation des microstructures montre que, plus la vitesse de refroidissement

est élevée, plus la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires est réduite. La contrainte nécessaire pour faire avancer les dislocations entre ces précipités est d'autant plus élevée que la distance entre ces précipités est faible, et contribue à augmenter la limite d'élasticité. En toute rigueur, il faudrait représenter la limite d'élasticité en fonction de la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires, afin de mettre en évidence une relation entre ces deux paramètres. Or, déterminer une largeur de couloir représentative d'une vitesse de refroidissement à partir des observations en MET n'est pas aisé. Il est plus pratique de déterminer la taille des précipités. La distance entre particules dans le plan de glissement varie comme  $r/f^{1/2}$  avec  $r$  le rayon des précipités et  $f$  la fraction volumique de la phase précipitée [PHILIBERT, 1998]. En faisant l'hypothèse que, pour les vitesses de refroidissement étudiées, la fraction volumique est constante, alors la distance interparticule varie approximativement comme l'arête des précipités  $\gamma'$  secondaires. C'est pourquoi nous avons choisi de représenter la limite d'élasticité en fonction de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires sur la Figure 6-8-a, bien que le paramètre microstructural qui entre en jeu soit la distance entre particules. Ce graphique montre une bonne corrélation entre la limite d'élasticité et la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires, et donc, entre la limite d'élasticité et la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires.

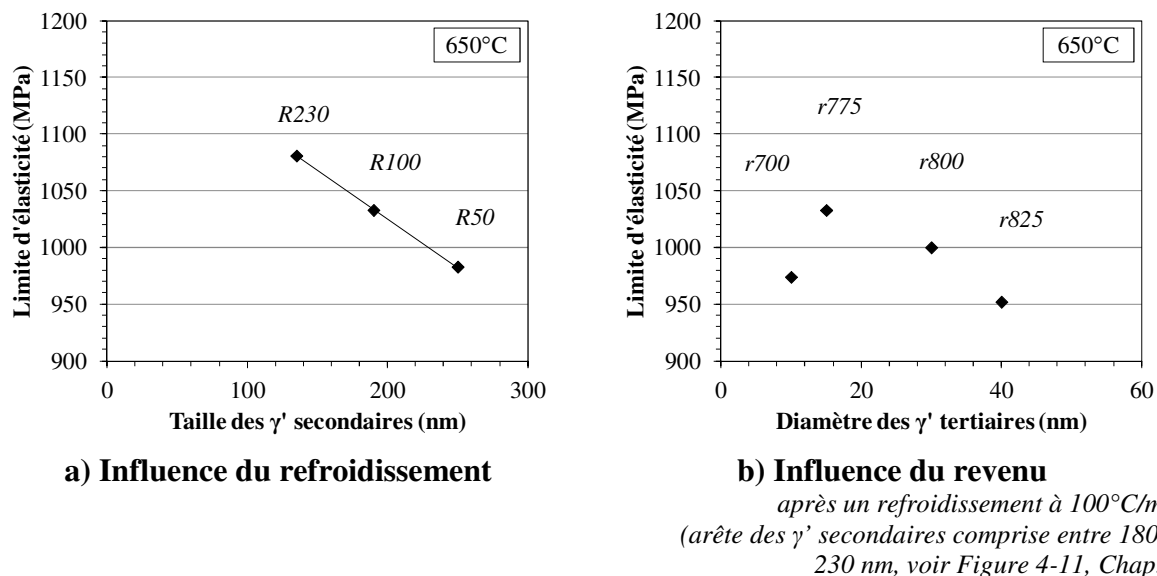
La microstructure issue d'un traitement supersolvus suivi d'un refroidissement double-pente (DP) présente une limite d'élasticité plutôt élevée par rapport à la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires. En effet, dans cette microstructure, la largeur des couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires est plus grande (entre 200 et 250 nm) que la largeur des couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de la microstructure issue du refroidissement à 50°C/min (entre 50 et 80 nm). Or, ces couloirs ne sont pas vides car, dans le cas du refroidissement double-pente, il existe une seconde génération de précipités  $\gamma'$  secondaires de diamètre compris entre 50 et 80 nm, qui ont précipité pendant la deuxième étape du refroidissement à vitesse plus élevée, et des précipités  $\gamma'$  tertiaires, avec un diamètre maximal d'environ 30 nm, qui ont précipité à la fin de la deuxième étape du refroidissement et qui ont mûri pendant le revenu. Ces précipités de petites tailles contribuent à renforcer le durcissement de la microstructure en augmentant la contrainte nécessaire pour faire avancer les dislocations, soit par contournement, soit par cisaillement, si ces précipités sont cisailables.

Enfin, il y a un effet de la température de revenu sur la limite d'élasticité des quatre microstructures issues d'un traitement supersolvus suivi d'un refroidissement à 100°C/min : un revenu à basse température (700°C) et un revenu à haute température (825°C) conduisent à des valeurs de limites d'élasticité plus basses que dans les cas des revenus à des températures intermédiaires (775°C et 800°C). La limite d'élasticité la plus haute a été mesurée après le revenu à 775°C (traitement supersolvus de référence). L'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température de revenu suit la même évolution que la valeur de la mesure de dureté (voir Figure 6-8-b et Figure 3-34, Chapitre 3, § 3.4). Nous avons observé précédemment (voir Chapitre 3, § 3.4), que la modification de la température de revenu entraînait une modification de la distribution des précipités  $\gamma'$  tertiaires. Cependant, nous avons aussi constaté que, après une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min, et dans le cas particulier de l'alliage N19, les couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires étaient étroits et la précipitation des  $\gamma'$  tertiaires était limitée aux couloirs les plus larges et aux zones dépourvues de  $\gamma'$  secondaires (*cf.* Figure 3-36, Chapitre 3, § 3.4). Ceci nous amène à formuler deux hypothèses :

- Soit les précipités  $\gamma'$  tertiaires ont une influence sur la limite d'élasticité, malgré leur répartition localisée dans les couloirs les plus larges. Dans ce cas, il semble que le revenu à 775°C, après une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min, conduise à un diamètre de précipités  $\gamma'$  tertiaires optimal qui confère à

l'alliage une limite d'élasticité plus élevée, comme le montre le graphique de la Figure 6-8 b).

- Soit les précipités  $\gamma'$  tertiaires n'ont que peu d'influence sur la limite d'élasticité. Or, les différentes conditions de revenu induisent effectivement une différence de limite d'élasticité. On suppose alors que cette différence est liée à une modification de la composition de la matrice en éléments de durcissement de solution solide dans les couloirs, induite par les différentes températures de revenu, et que la température de revenu à 775°C conduit, là encore, à un maximum de durcissement de solution solide de la matrice. Au-delà de 775°C, par exemple à 825°C, on suppose que ces éléments ont diffusé vers la phase  $\gamma'$ . Cependant, des analyses permettant de confirmer cette interprétation n'ont pas été réalisées.



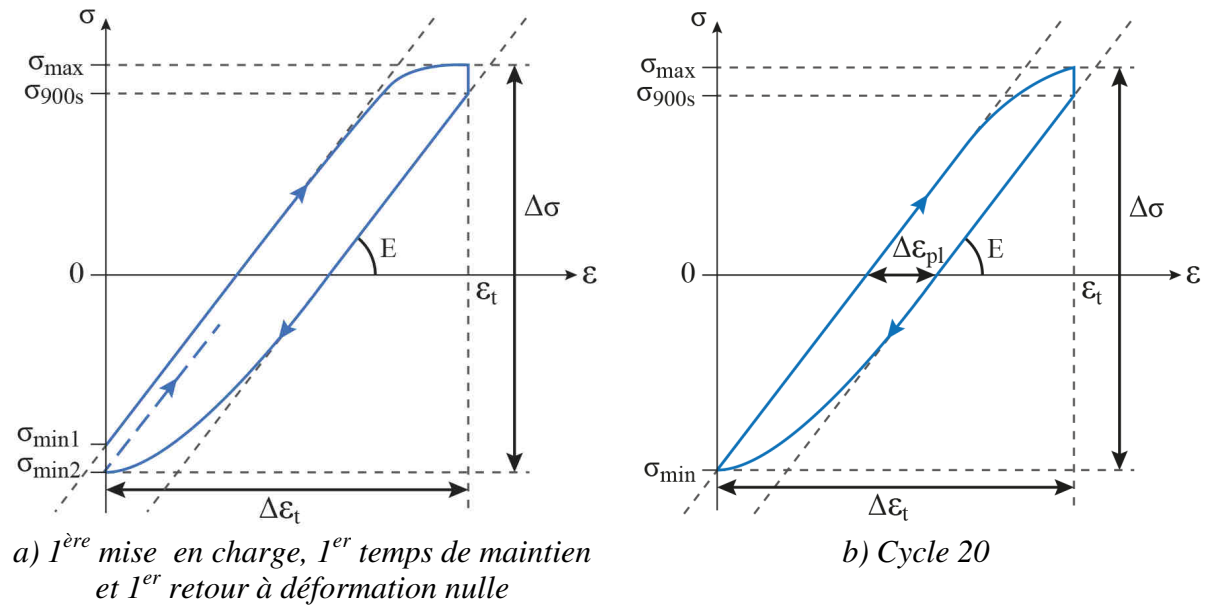
**Figure 6-8 : Corrélation entre les caractéristiques microstructurales et la limite d'élasticité de l'alliage N19 à 650°C.**

La variation des paramètres de traitements thermiques influence les propriétés en traction. La température de mise en solution est le paramètre le plus influent, suivi des conditions de refroidissement, puis de la température de revenu.

## 6.2.2 Évolution des paramètres mécaniques

A partir des boucles de contrainte en fonction de la déformation, l'évolution de plusieurs grandeurs a été suivie au cours de l'essai en fonction de l'amplitude de déformation appliquée, et en fonction des paramètres de traitements thermiques appliqués. Ces grandeurs sont : la contrainte maximale  $\sigma_{\max}$ , la contrainte minimale  $\sigma_{\min}$ , la contrainte moyenne  $\sigma_{\text{moy}}$ , la contrainte atteinte en fin de relaxation  $\sigma_{900s}$  et l'amplitude de déformation plastique  $\Delta\epsilon_{\text{pl}}$ . Ces grandeurs sont explicitées sur les schémas de la Figure 6-9.





**Figure 6-9 : Schéma des boucles de contrainte en fonction de la déformation et définition des paramètres mécaniques associés pour  $\varepsilon_t > 0.6 \%$  : a) lors de la première mise en charge, du premier temps de maintien et du premier retour à déformation nulle, et b) au 20<sup>ème</sup> cycle.**

### 6.2.2.1 Contrainte maximale et contrainte minimale

La Figure 6-10, la Figure 6-11 et la Figure 6-12 présentent l'évolution des contraintes minimales et maximales en fonction de l'amplitude de déformation totale imposée suivant les différents paramètres de traitements thermiques.

Quel que soit le traitement thermique appliqué, l'augmentation du niveau de déformation totale  $\varepsilon_t$  s'accompagne d'une augmentation de la contrainte maximale  $\sigma_{\max}$ . La contrainte minimale  $\sigma_{\min}$  est nulle à 0.4 % de déformation totale, puis elle devient négative dès 0.6 % de déformation appliquée, c'est-à-dire lorsque le matériau commence à se déformer plastiquement en traction. La valeur de  $\sigma_{\min}$  continue de diminuer et atteint pratiquement, en valeur absolue, la valeur de  $\sigma_{\max}$  pour une déformation de 1.4 ou 1.6 % en fonction de la microstructure considérée.

Pour une valeur de  $\Delta\varepsilon_t$  donnée,  $\sigma_{\max}$  et  $\sigma_{\min}$  diminuent lorsque le nombre de cycles augmente. Cependant, au bout de 10 cycles pour les deux premiers niveaux de déformation (0.4 % et 0.6 %), et au bout de 20 cycles pour les niveaux de déformation suivants (de 0.8 % à 2 %), la réponse tend à se stabiliser.

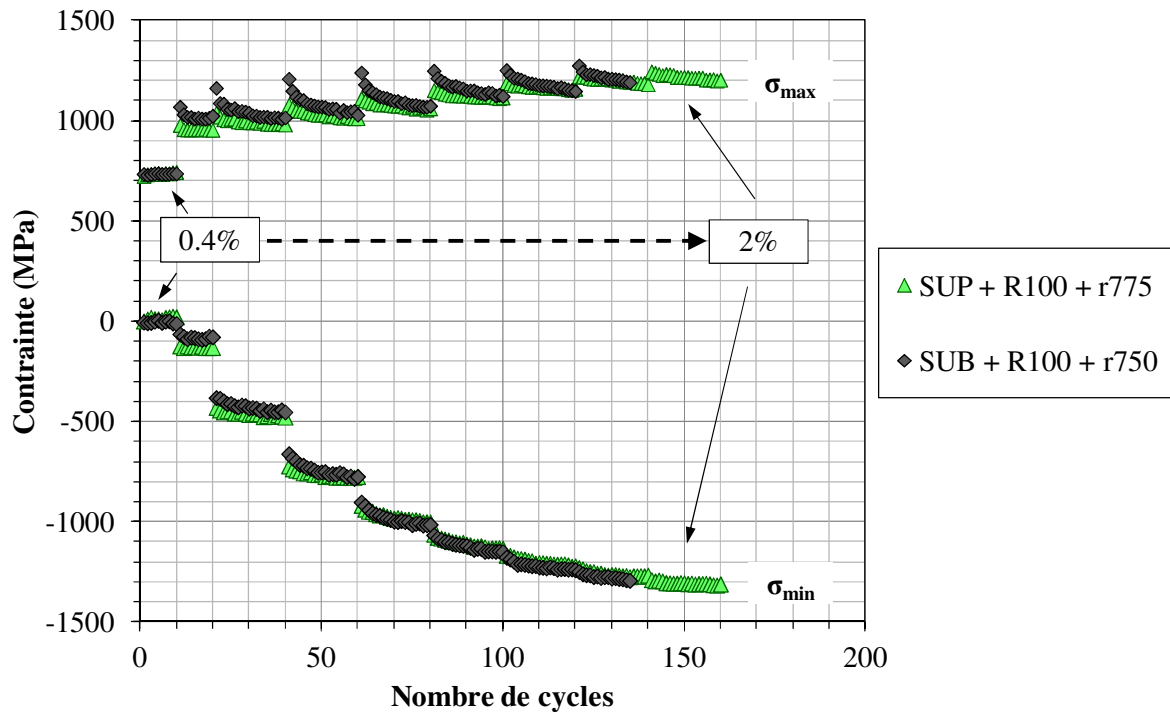


Figure 6-10 : Évolution des contraintes minimales et maximales en fonction du nombre de cycles pour les différents niveaux de déformation appliquée – Influence de la mise en solution.

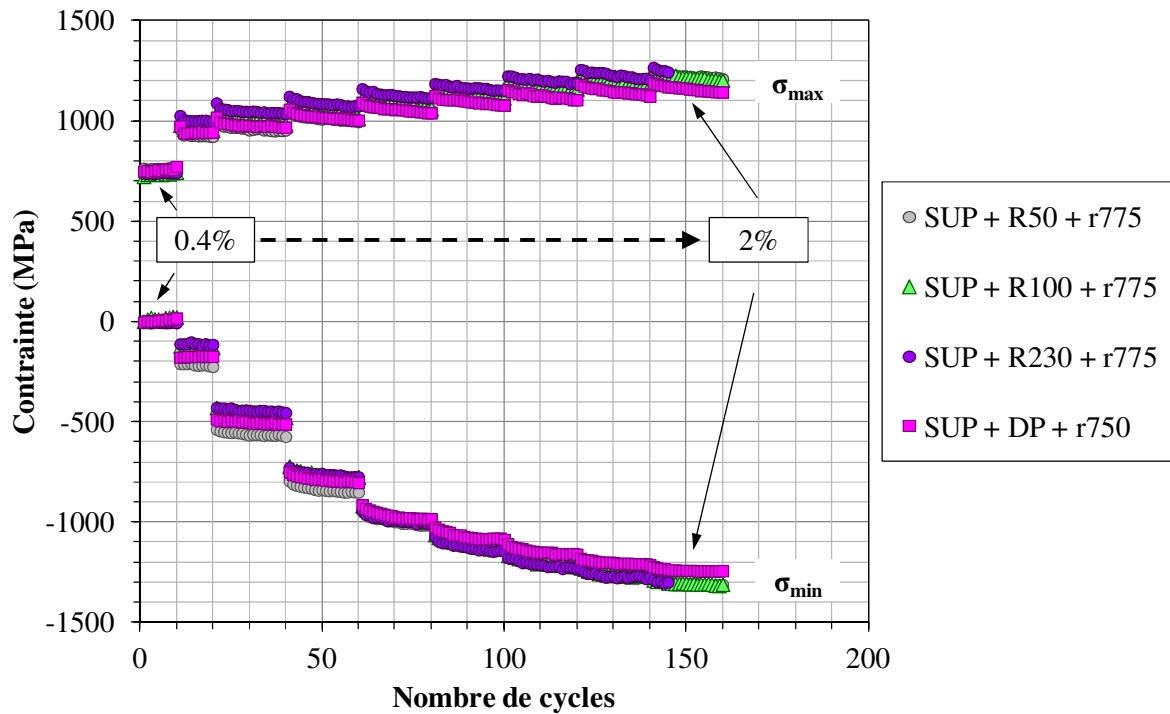
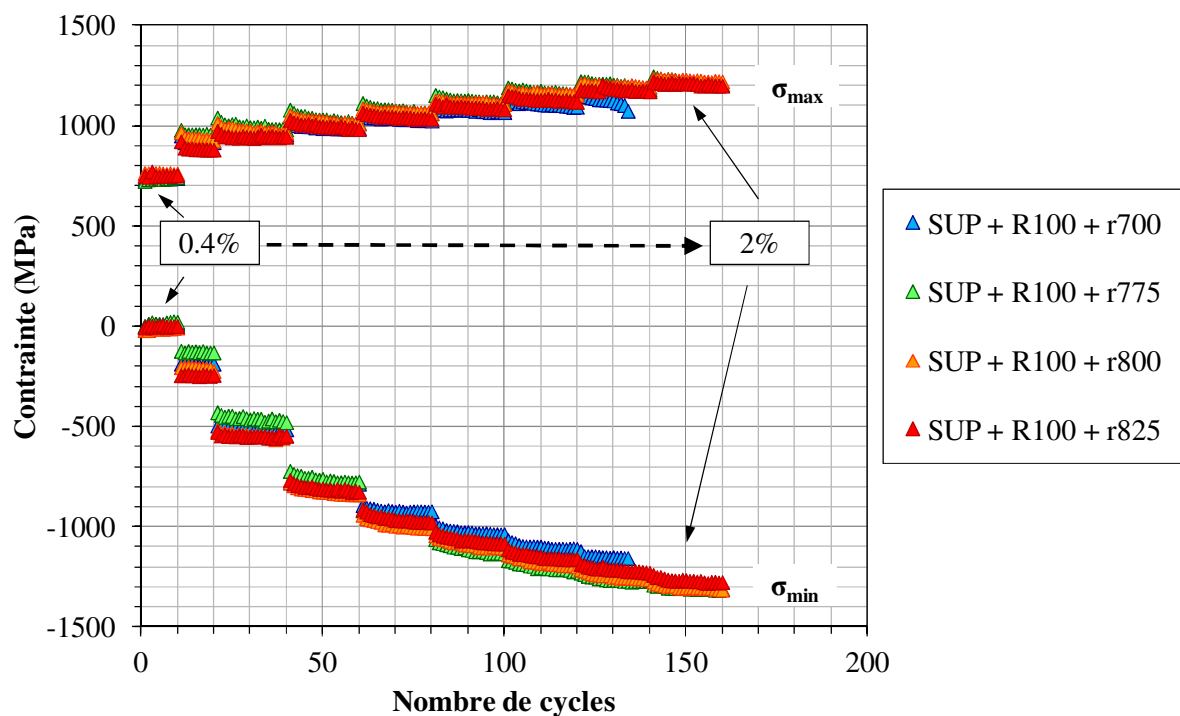


Figure 6-11 : Évolution des contraintes minimales et maximales en fonction du nombre de cycles pour les différents niveaux de déformation appliquée – Influence du refroidissement.



**Figure 6-12 : Évolution des contraintes minimales et maximales en fonction du nombre de cycles pour les différents niveaux de déformation appliquée – Influence de la température de revenu.**

La microstructure issue du traitement subsolvus présente une  $\sigma_{\max}$  au premier cycle de chaque niveau de déformation qui est supérieure de 50 à 130 MPa à la  $\sigma_{\max}$  de la microstructure issue du traitement supersolvus de référence, en fonction de  $\Delta\epsilon_t$  imposée. Par contre, au 20<sup>ème</sup> cycle de chaque niveau de déformation, les valeurs de  $\sigma_{\max}$  des deux microstructures sont pratiquement égales. La diminution de  $\sigma_{\max}$  au cours des 20 cycles effectués à un même niveau de déformation totale est donc beaucoup plus marquée dans le cas de la microstructure issue du traitement subsolvus que dans le cas des microstructures issues des traitements supersolvus. En effet, l'écart maximal entre  $\sigma_{\max}$  au premier cycle et  $\sigma_{\max}$  au dernier cycle pour une amplitude de déformation appliquée est de 180 MPa dans le cas de la microstructure subsolvus et de 70 MPa dans le cas de la microstructure supersolvus de référence (SUP + R100 + r775). Cette différence de comportement entre les deux microstructures est moins marquée en ce qui concerne  $\sigma_{\min}$ .

L'évolution des contraintes minimales et maximales est globalement identique dans le cas des microstructures supersolvus traitées avec différentes conditions de refroidissement et différentes températures de revenu. On remarque cependant, que pour les amplitudes de déformation les plus grandes (à partir de 1.4 %), l'amplitude de contrainte  $\Delta\sigma/2 = (\sigma_{\max} - \sigma_{\min})/2$  est plus faible dans le cas de la microstructure supersolvus issue du traitement thermique avec la température de revenu la plus faible (700°C), et dans le cas de la microstructure issue du traitement avec un refroidissement double-pente.

### 6.2.2.2 Contrainte moyenne et amplitude de déformation plastique

La contrainte moyenne d'un cycle,  $\sigma_{\text{moy}}$ , est définie par :

$$\sigma_{\text{moy}} = \frac{1}{2} (\sigma_{\text{max}} + \sigma_{\text{min}})$$

L'amplitude de déformation mécanique (ou totale) appliquée  $\Delta\epsilon_t$  est la somme d'une amplitude de déformation élastique  $\Delta\epsilon_{\text{el}}$  et d'une amplitude de déformation plastique  $\Delta\epsilon_{\text{pl}}$  :

$$\Delta\epsilon_t = \Delta\epsilon_{\text{el}} + \Delta\epsilon_{\text{pl}} = \Delta\sigma/E + \Delta\epsilon_{\text{pl}}$$

avec  $\Delta\sigma = \sigma_{\text{max}} - \sigma_{\text{min}}$  l'étendue de contrainte et  $E$  le module d'Young (calculé à partir du premier déchargement du premier niveau de déformation à 0.4 %, cf. § 6.2.1). Mais, au cours de la relaxation, la déformation plastique augmente. Par conséquent, la déformation élastique diminue puisque la déformation totale est maintenue constante pendant la relaxation. A la fin de la relaxation, nous obtenons donc :

$$\Delta\epsilon_t = \Delta\epsilon_{\text{el } 900\text{s}} + \Delta\epsilon_{\text{pl } 900\text{s}} = \Delta\sigma_{900\text{s}}/E + \Delta\epsilon_{\text{pl } 900\text{s}}$$

avec  $\Delta\epsilon_{\text{pl } 900\text{s}} > \Delta\epsilon_{\text{pl}}$ ,  $\Delta\epsilon_{\text{el } 900\text{s}} < \Delta\epsilon_{\text{el}}$  et  $\Delta\sigma_{900\text{s}} = \Delta\sigma - \delta\sigma_{\text{relax}} = (\sigma_{\text{max}} - \sigma_{\text{min}}) - (\sigma_{\text{max}} - \sigma_{900\text{s}})$ ,  $\delta\sigma_{\text{relax}}$  étant la contrainte relaxée définie par  $\delta\sigma_{\text{relax}} = \sigma_{\text{max}} - \sigma_{900\text{s}}$ .

La déformation plastique d'un cycle (voir Figure 6-9) a été calculée de la façon suivante :

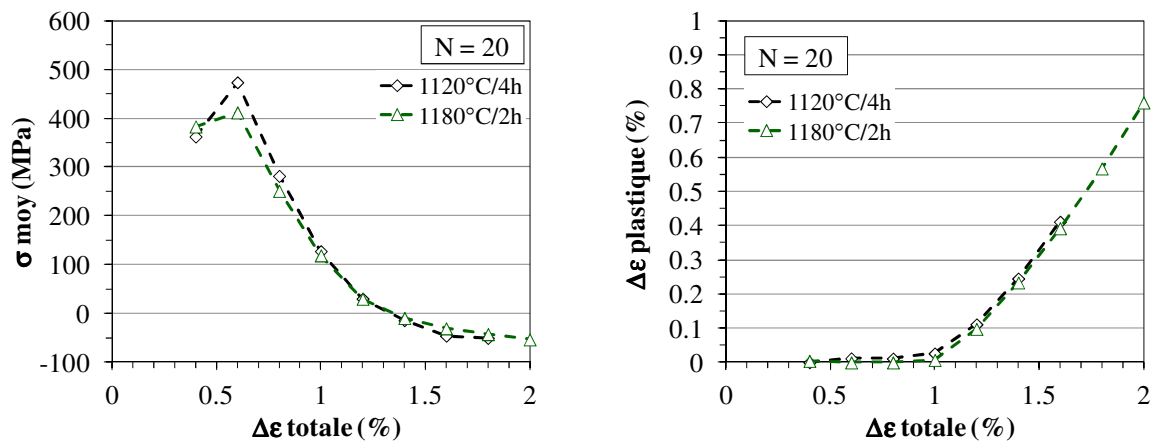
$$\Delta\epsilon_{\text{pl}} = \Delta\epsilon_t - \frac{\Delta\sigma_{900\text{s}}}{E} = \Delta\epsilon_t - \left( \frac{\sigma_{900\text{s}} - \sigma_{\text{min}}}{E} \right)$$

Les évolutions de la contrainte moyenne et de l'amplitude de déformation plastique en fonction de l'amplitude de déformation imposée pour les différents paramètres de traitements thermiques sont présentées Figure 6-13.

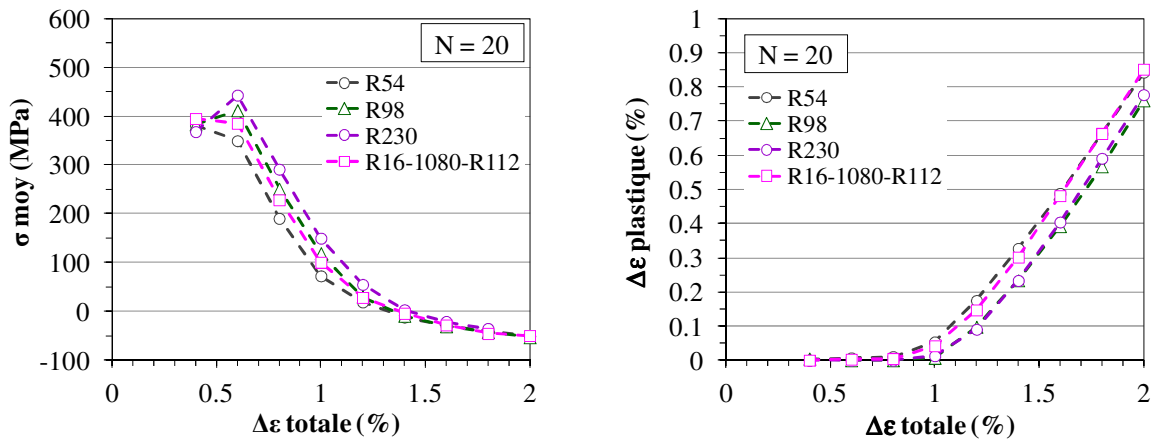
Ces courbes montrent que, quelle que soit la microstructure, la contrainte moyenne diminue et l'amplitude de déformation plastique augmente lorsque la déformation totale imposée augmente.

Les différences entre les microstructures ne sont pas très marquées. Les microstructures qui présentent les contraintes moyennes les plus hautes sont celles qui présentent les amplitudes de déformation plastique les plus faibles, et ce sont également celles qui présentent les limites d'élasticité les plus élevées. Au-delà de 1.2 % de déformation totale, il n'y a plus de différence de contrainte moyenne entre les microstructures. On remarque que la contrainte moyenne devient légèrement négative.

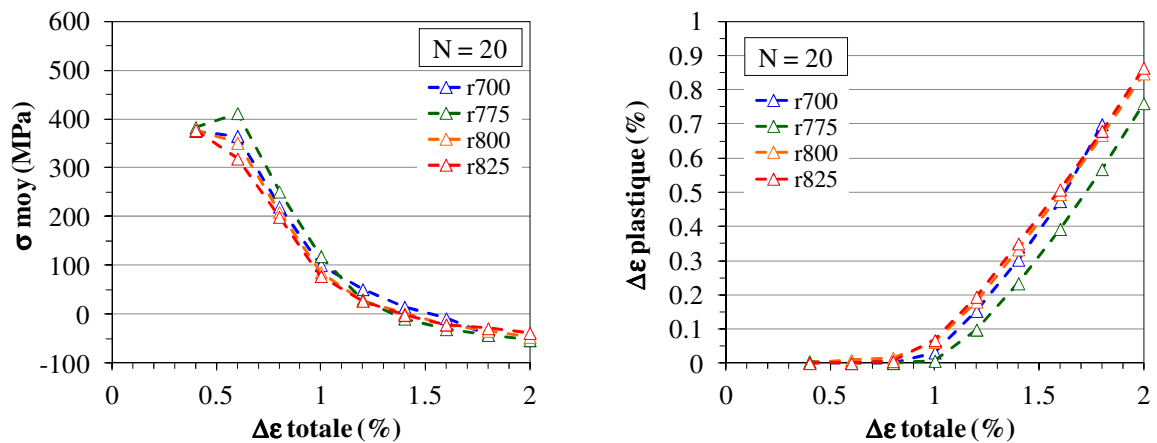
Bien que la microstructure supersolvus de référence (SUP + R100 + r775) soit très différente de la microstructure subsolvus, notamment en ce qui concerne la taille de grains, l'évolution de la contrainte moyenne et de l'amplitude de déformation plastique au cycle 20 en fonction de la déformation totale imposée de ces deux microstructures sont étonnamment similaires.



Effet de la mise en solution



Effet du refroidissement



Effet du revenu

Figure 6-13 : Évolution de la contrainte moyenne et de l'amplitude de déformation plastique au cycle  $N = 20$  en fonction de la déformation imposée pour les différents paramètres de traitements thermiques.

### 6.2.2.3 Courbes d'écrouissage cyclique

Les courbes d'écrouissage cyclique définies à partir de l'amplitude de contrainte et de l'amplitude de déformation plastique mesurées au cycle 20 sont présentées sur la Figure 6-14, en fonction des paramètres de traitements thermiques.

Là encore, il n'y a pas de différence entre la microstructure subsolvus et la microstructure supersolvus de référence.

Il ressort de ces graphiques que la limite d'élasticité en fatigue est plus faible que la limite d'élasticité monotone.

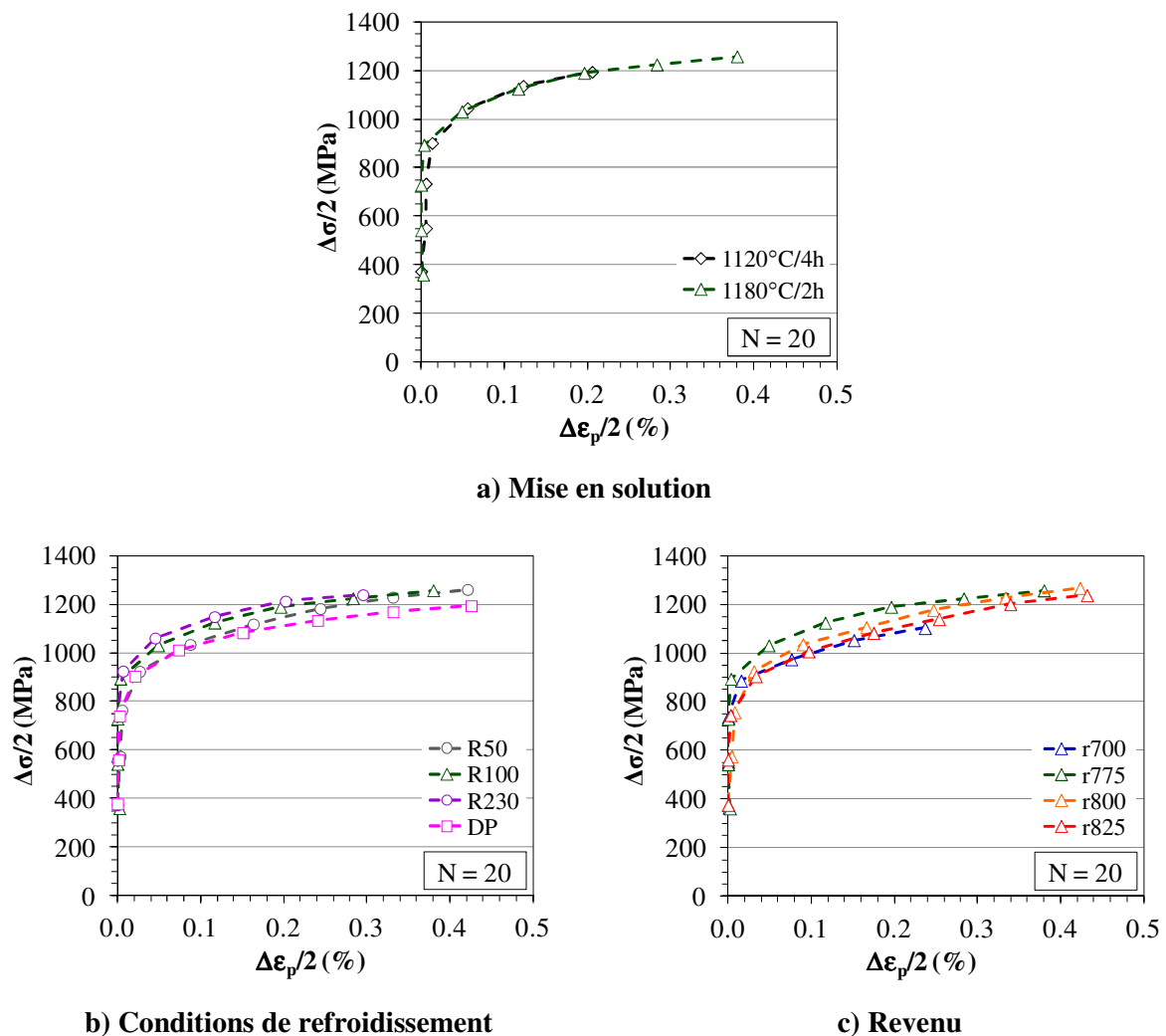


Figure 6-14 : Courbes d'écrouissage cyclique du N19 à 650°C (avec temps de maintien) en fonction de l'amplitude de déformation totale imposée et des paramètres de traitements thermiques.

#### 6.2.2.4 Contrainte en fin de relaxation

À partir des relaxations, deux grandeurs ont été étudiées :

- la contrainte atteinte en fin de relaxation  $\sigma_{900s}$ , dont les résultats sont présentés dans ce paragraphe,
- l'écart entre la contrainte maximale et cette contrainte atteinte en fin de relaxation, appelée contrainte relaxée :  $\delta\sigma_{\text{relax}} = \sigma_{\text{max}} - \sigma_{900s}$ . Ces résultats sont présentés dans l'Annexe E2.

Les contraintes atteintes en fin de relaxation,  $\sigma_{900s}$ , ont été mesurées, pour toutes les microstructures, lors de la première relaxation et de la dernière (20<sup>ème</sup>) relaxation de chaque niveau de déformation totale imposée. Les résultats sont présentés Figure 6-15.

Les courbes ont la même allure quelle que soit la microstructure testée. Jusqu'à 1 % ou 1.2 % de déformation totale imposée, la contrainte atteinte en fin de relaxation augmente avec la déformation totale. Au-delà de 1.2 % de déformation totale,  $\sigma_{900s}$  diminue. Ce changement correspond approximativement à la déformation totale pour laquelle apparaît de la plasticité en compression. Plus la déformation totale augmente, plus la plasticité est importante, et plus la relaxation est importante.

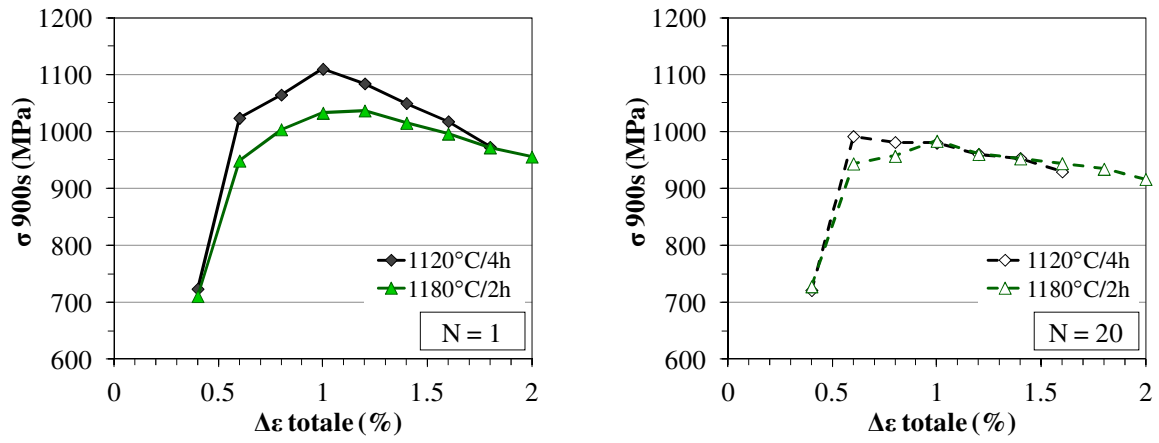
Dans le cas de toutes les microstructures issues d'un traitement supersolvus, la contrainte atteinte à la fin de la relaxation au premier cycle est supérieure au maximum de 60 à 70 MPa à la contrainte atteinte à la fin de la relaxation au dernier cycle pour les déformations imposées supérieures à 1 %. Dans le cas de la microstructure issue du traitement subsolvus, la contrainte atteinte à la fin de la relaxation au premier cycle est supérieure au maximum de 130 MPa à la contrainte atteinte à la fin de la relaxation au dernier cycle, pour des déformations totales imposées supérieures à 1 %.

La contrainte atteinte en fin de relaxation du premier cycle dans le cas de la microstructure issue du traitement subsolvus est plus élevée que dans le cas de la microstructure issue du traitement supersolvus de référence (SUP + R100 + r775). Par contre, aux cycles suivants, et en particulier au 20<sup>ème</sup> cycle pour les niveaux de déformation supérieurs à 1 %, les contraintes atteintes en fin de relaxation pour ces deux microstructures sont pratiquement égales.

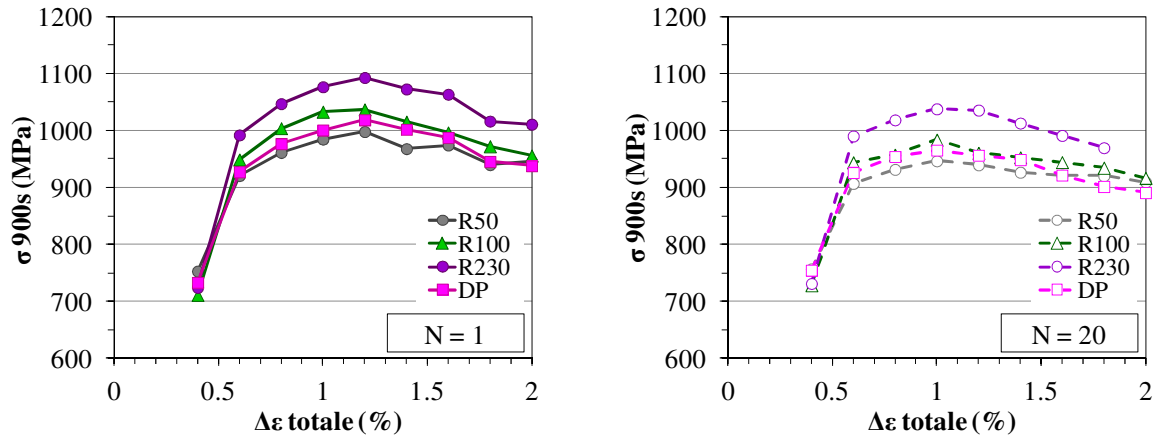
Concernant les microstructures issues des traitements avec une mise en solution supersolvus, on constate que :

- plus la vitesse de refroidissement est grande, plus la contrainte atteinte en fin de relaxation est élevée ;
- plus la température de revenu est élevée, plus la contrainte atteinte en fin de relaxation est basse.

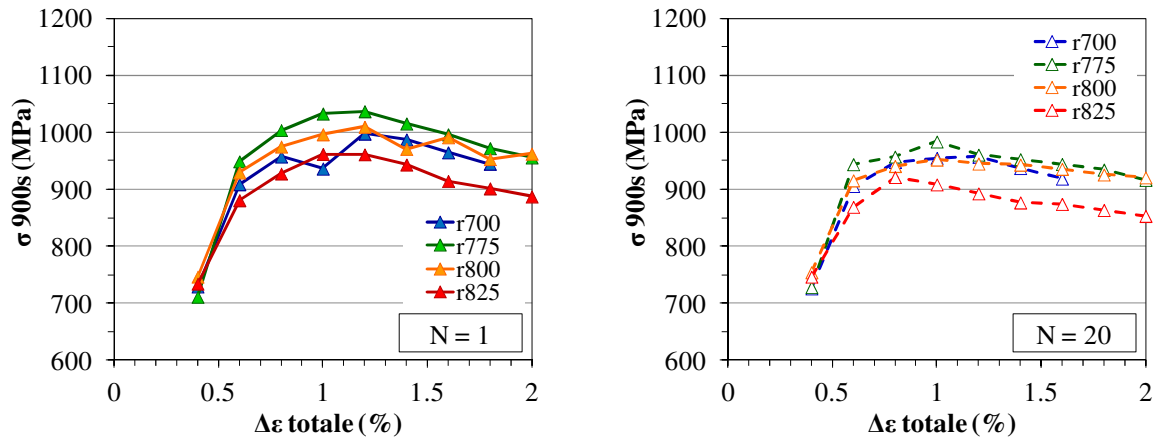




a) Effet de la mise en solution



b) Effet du refroidissement



c) Effet du revenu

Figure 6-15 : Variation de la contrainte mesurée en fin de relaxation ( $\sigma_{900s}$ ), à la fin de la 1<sup>ère</sup> relaxation ( $N=1$ ) et à la fin de la 20<sup>ème</sup> relaxation ( $N=20$ ) en fonction de l'amplitude de déformation totale imposée et des paramètres de traitements thermiques.

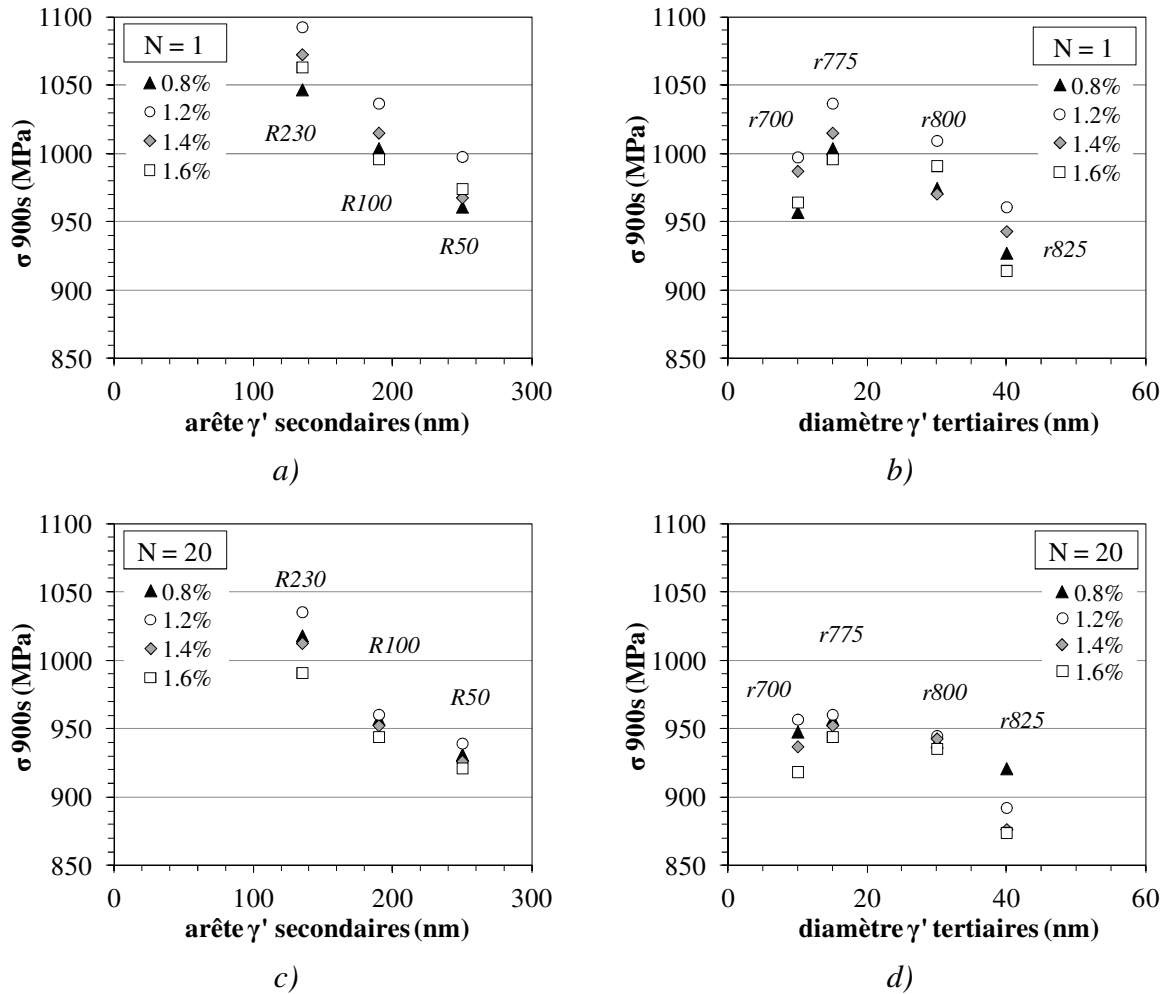
Ces résultats peuvent être interprétés à partir des caractéristiques microstructurales. Comme nous l'avons déjà évoqué dans le paragraphe concernant la limite d'élasticité, la mesure de la distance entre précipités  $\gamma'$  secondaires est plus délicate à réaliser que la mesure de l'arête de ces précipités. Cependant, en supposant que la fraction de phase  $\gamma'$  précipitée soit très proche entre les microstructures issues des refroidissements à 230°C/min, 100°C/min et 50°C/min, il existe une relation linéaire entre la distance entre particules et la taille de ces particules. De ce fait, nous avons représenté la contrainte atteinte en fin de relaxation  $\sigma_{900s}$  en fonction de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires, au lieu de la distance entre ces précipités, lors de la 1<sup>ère</sup> relaxation sur la Figure 6-16-a) et lors de la 20<sup>ème</sup> relaxation sur la Figure 6-16-c) pour quelques niveaux de déformation. Ces figures montrent l'existence d'une corrélation entre la taille des précipités et la contrainte atteinte en fin de relaxation, et donc entre cette contrainte et la distance entre ces précipités. Ainsi, plus la distance entre particules est réduite, plus la contrainte  $\sigma_{900s}$  est élevée, et plus la relaxation est difficile.

La microstructure issue du traitement avec un refroidissement double-pente est très différente des microstructures issues des refroidissements linéaires, puisque d'une part, elle présente plusieurs générations de précipités  $\gamma'$  secondaires, et d'autre part, les couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération sont, contrairement aux refroidissements linéaires, occupés par les précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération et par les précipités  $\gamma'$  tertiaires (cf. Chapitre 4, § 4.2.2.2). Aussi, pour pouvoir comparer cette microstructure aux microstructures issues des refroidissements linéaires, il faut comparer la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération et ceux de seconde génération : on constate que la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération et ceux de seconde génération est du même ordre de grandeur que la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires après un refroidissement à 100°C/min et à 50°C/min, soit une distance comprise entre 60 et 80 nm. Ceci permet d'expliquer le fait que la contrainte dans le cas de la microstructure double-pente soit proche de celles des microstructures issues des refroidissements à 100°C/min et 50°C/min.

Concernant l'influence des conditions de revenu, il se pose la même question que pour l'interprétation des valeurs de limite d'élasticité. Sur la Figure 6-16-b) et la Figure 6-16-d), il semble qu'il y ait un lien entre le diamètre des précipités  $\gamma'$  tertiaires et la contrainte atteinte en fin de relaxation  $\sigma_{900s}$ , qui peut s'interpréter par le fait qu'un revenu à 775°C<sup>2</sup> conduit à un diamètre de précipités  $\gamma'$  tertiaires, tel que la contrainte nécessaire pour faire passer les dislocations, par contournement ou par cisaillement, soit la plus élevée, ce qui se traduit par une relaxation moins grande et une contrainte atteinte en fin de relaxation plus élevée. Cependant, au regard de la répartition de ces précipités  $\gamma'$  tertiaires, nous avons avancé une seconde interprétation possible basée sur le durcissement de solution solide de la matrice (cf. § 6.2.1). En effet, dans l'alliage N19, après une mise en solution supersolus suivie d'un refroidissement à 100°C/min, les couloirs sont étroits entre les précipités  $\gamma'$  secondaires, et seuls les plus larges d'entre eux contiennent des tertiaires. Ceci nous a amené à nous interroger sur la contribution de ces précipités  $\gamma'$  tertiaires dans les mécanismes de durcissement par précipitation, et à supposer un effet lié à la composition de la matrice en éléments de durcissement de solution solide.

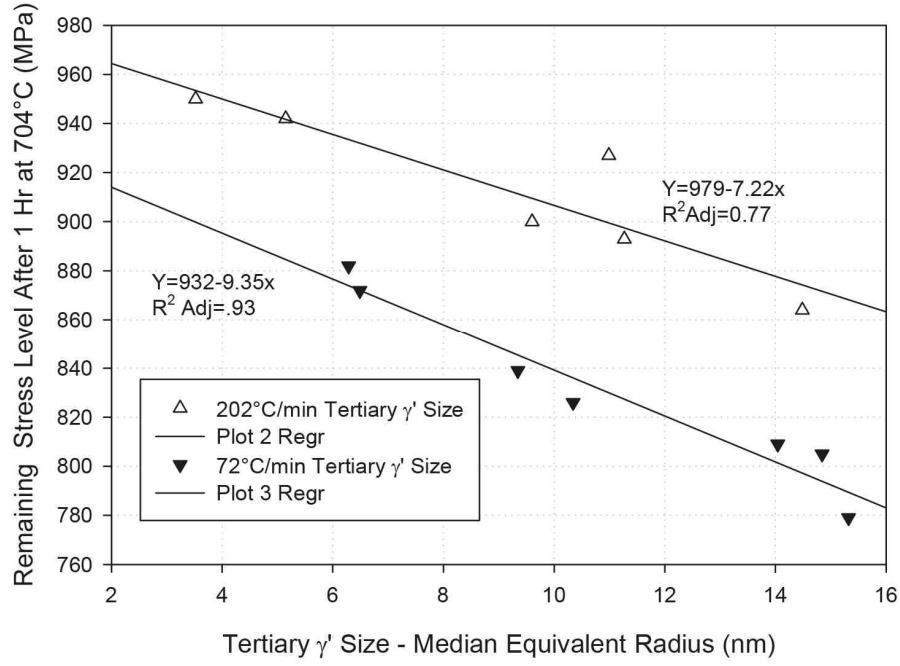
---

<sup>2</sup> Remarque : il s'agit de la température de revenu pour laquelle un pic de dureté a été mesuré après une mise en solution supersolus suivie d'un refroidissement à 100°C/min (voir Figure 3-34, Chapitre 3, §3.4).



**Figure 6-16 : Relations entre la contrainte mesurée en fin de relaxation,  $\sigma_{900s}$ , après 1 et 20 cycles à 0.8 %, 1.2 %, 1.4 % et 1.6 % de déformation totale imposée en fonction : a) et c) de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires ; b) et d) du diamètre maximal des précipités  $\gamma'$  tertiaires.**

Telesman *et al.* [TELESMAN, 2008] ont étudié l'effet du revenu, et donc des précipités  $\gamma'$  tertiaires sur la relaxation de l'alliage LSHR. Ils ont observé une bonne corrélation entre le rayon des précipités  $\gamma'$  tertiaires et la contrainte mesurée en fin de relaxation après 1 h de relaxation à 1 % de déformation imposée et à 704°C. Comme le montre le graphique de la Figure 6-17, plus le diamètre des précipités  $\gamma'$  tertiaires est grand, plus la contrainte atteinte à la fin de la relaxation est basse, et plus l'aptitude à relaxer les contraintes du matériau est grande. Cependant, à la différence du N19 après un refroidissement à 100°C/mn, les précipités  $\gamma'$  tertiaires dans le LSHR sont bien répartis dans les couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires. Ce graphique montre aussi l'effet de la vitesse de refroidissement : la relaxation des contraintes est plus élevée lorsque la vitesse de refroidissement est plus lente, donc lorsque la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires est plus grande, car la distance entre ces précipités est plus grande.



**Figure 6-17 : Corrélation entre le diamètre des précipités  $\gamma'$  tertiaires et la contrainte mesurée après une relaxation de 1 h à 1 % de déformation imposée, à 704°C, dans l'alliage LSHR [TELESMAN, 2008].**

### 6.2.3 Vitesses de déformation plastique

Les vitesses de déformation plastique ont été calculées au cours de la relaxation du premier cycle et au cours de la relaxation du 20<sup>ème</sup> cycle de chaque niveau de déformation.

La déformation mécanique est la somme d'une déformation élastique et d'une déformation plastique :

$$\varepsilon_m(t) = \varepsilon_{el}(t) + \varepsilon_{pl}(t)$$

La déformation mécanique appliquée étant constante au cours de la relaxation, la dérivée par rapport au temps de l'expression précédente s'écrit :

$$\dot{\varepsilon}_m(t) = \dot{\varepsilon}_{el}(t) + \dot{\varepsilon}_{pl}(t) = 0$$

Or, la déformation élastique est reliée à la contrainte par la loi de Hooke selon :

$$\varepsilon_{el}(t) = \frac{\sigma(t)}{E}$$

dont la dérivée par rapport au temps est :

$$\dot{\varepsilon}_{el}(t) = \frac{\dot{\sigma}(t)}{E}$$

Ainsi, la vitesse de déformation plastique de relaxation peut être calculée à partir de la variation de la contrainte en fonction du temps au cours de la relaxation selon :

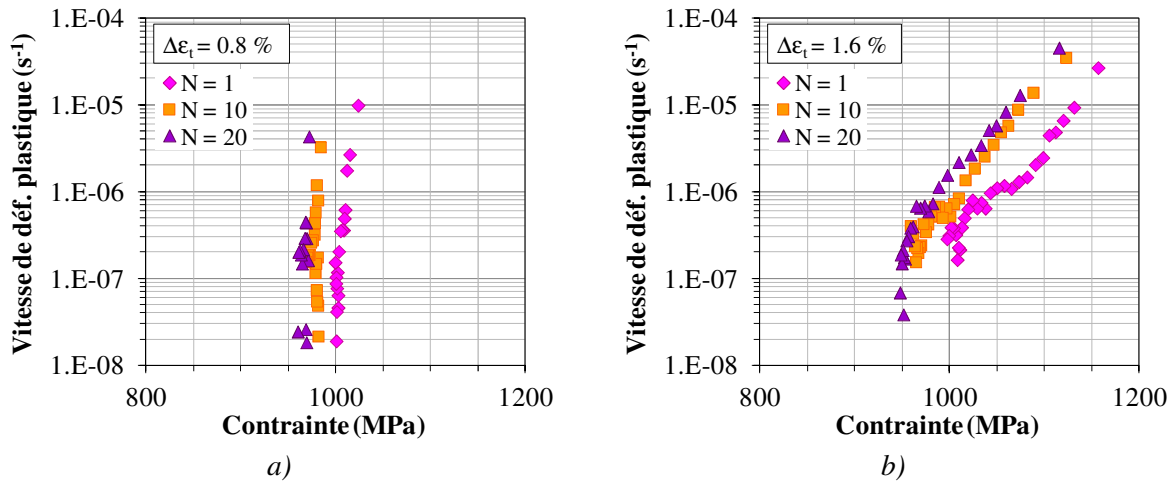
$$\dot{\varepsilon}_{pl}(t) = -\frac{\dot{\sigma}(t)}{E}$$

En utilisant cette dernière équation, les vitesses de déformations plastiques ont été calculées pour le premier cycle, le 10<sup>ème</sup> cycle et le dernier cycle (20<sup>ème</sup>) de chaque niveau de déformation totale imposée, pour chaque microstructure, à partir des courbes de relaxation représentant l'évolution de la contrainte en fonction du temps.

Nous avons étudié, dans un premier temps, l'évolution des courbes représentant la variation de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte,  $\dot{\varepsilon}_{pl} = f(\sigma)$ , dans le cas de la microstructure issue du traitement thermique supersolvus de référence (SUP + R100 + r775, 25EDM01).

*Remarque : Les mêmes tendances ont été observées dans le cas des sept autres microstructures testées, c'est pourquoi, seules les courbes du traitement thermique de référence sont présentées ici.*

Les graphiques de la Figure 6-18 montrent l'évolution de  $\dot{\varepsilon}_{pl} = f(\sigma)$  en fonction du nombre de cycles pour deux amplitudes de déformation totale imposée (0.8 % et 1.6 %).



**Figure 6-18 : Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte dans le cas de la microstructure issue du traitement supersolvus de référence (SUP + R100 + r775, 25EDM01) pour N=1, N=10, N=20 des niveaux à 0.8 % et 1.6 % de déformation totale imposée.**

La vitesse de déformation plastique diminue au cours de la relaxation.

La pente de la courbe est définie par :

$$n = \left[ \frac{\partial \log \dot{\varepsilon}_{pl}}{\partial \log \sigma} \right]_T$$

On constate que, pour une amplitude de déformation donnée, la pente  $n$  ne varie pas avec le nombre de cycles. Ceci montre que le mécanisme de déformation ne varie pas au cours du chargement cyclique.

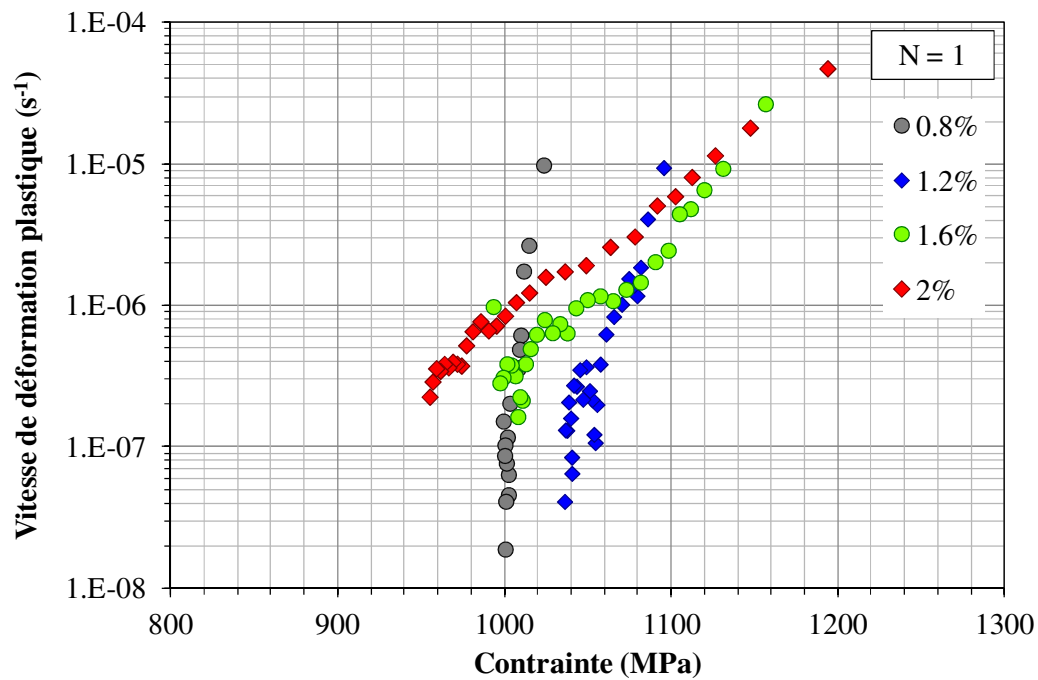


Figure 6-19 : Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte lors de la relaxation du premier cycle à 0.8 %, 1.2 %, 1.6 % et 2 % de déformation totale dans le cas de la microstructure supersolvus de référence (SUP + R100 + r775, 25EDM01).

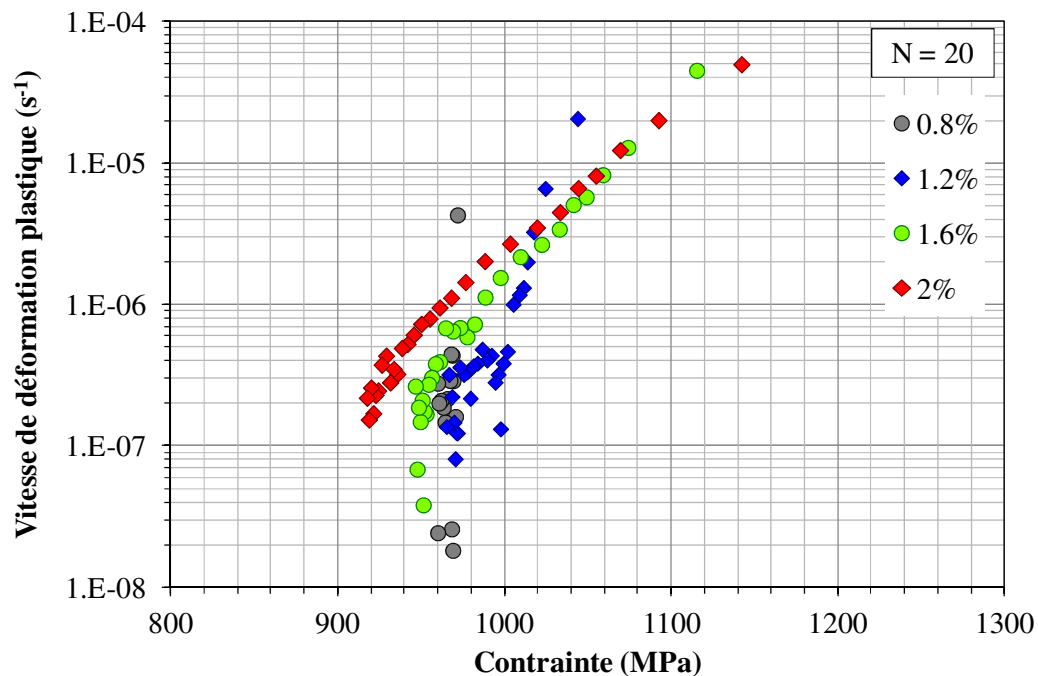


Figure 6-20 : Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte lors de la relaxation du dernier cycle (20<sup>ème</sup> cycle) à 0.8 %, 1.2 %, 1.6 % et 2 % de déformation totale dans le cas de la microstructure supersolvus de référence (SUP + R100 + r775, 25EDM01).

Par contre, comme le montrent les graphiques de la Figure 6-19 et de la Figure 6-20, la pente de ces courbes diminuent lorsque l'amplitude de déformation augmente. Ceci peut s'interpréter par le fait qu'il y a plus de dislocations qui ont été créées pendant le chargement à déformation imposée élevée, et donc, il y a plus de dislocations qui peuvent se déplacer pour relaxer la contrainte. Plus la déformation imposée est élevée, plus la plasticité est importante, et donc plus la contrainte diminue durant le temps de maintien.

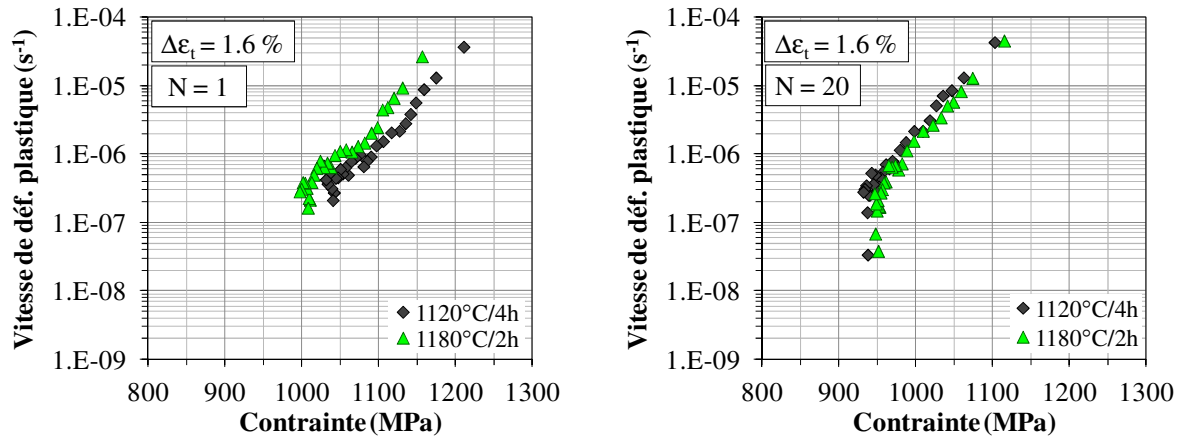
Les courbes présentent beaucoup de bruit pour les vitesses de déformation plastique inférieures à  $5.10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , car en fin de relaxation, la chute de contrainte devient très faible, et est incluse dans le bruit du capteur (cellule de charge).

Les graphiques de la Figure 6-21 montrent l'influence des paramètres de traitements thermiques sur la variation de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte, au premier cycle et au dernier cycle, pour une déformation totale imposée de 1.6 %. Ce niveau de déformation totale a été choisi car pour cette déformation il y a une relaxation importante.

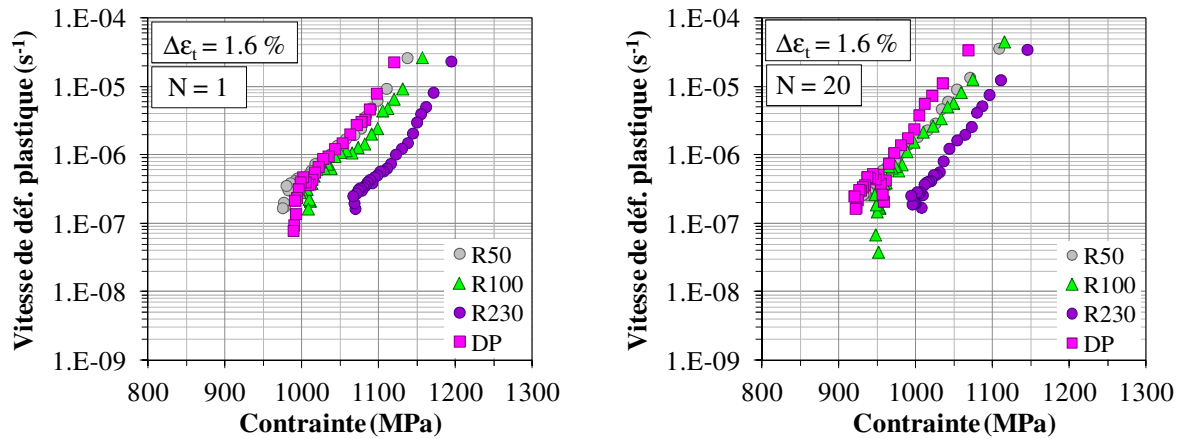
Lors de la première relaxation à 1.6 % de déformation totale, on n'observe pas de différence significative de pente en fonction de la mise en solution. Il en est de même au 20<sup>ème</sup> cycle à 1.6 % de déformation totale.

Concernant les microstructures issues des traitements avec mise en solution supersolvus, les conditions de refroidissement et de revenu n'ont pas d'effet sur la pente  $n$ , sauf dans le cas de la microstructure issue du traitement de revenu à la température la plus faible (700°C) qui présente une pente  $n$  plus élevée que les autres microstructures à 1.6 % de déformation au premier cycle et au dernier cycle. Ce résultat est difficile à interpréter.

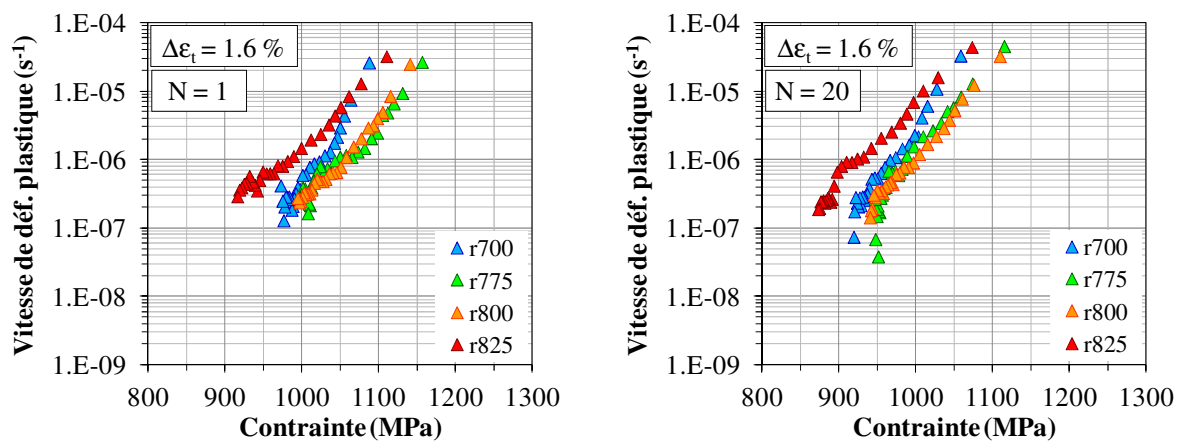




a) Effet de la mise en solution



b) Effet du refroidissement  
(DP = refroidissement double-pente)



c) Effet du revenu

Figure 6-21 : Influence des paramètres de traitements thermiques sur les courbes de vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte à  $650^\circ C$  au premier cycle et au dernier cycle à 1.6 % de déformation totale.

## 6.3 Conclusion

Les essais de fatigue-relaxation sont des essais complexes, qui permettent d'obtenir des informations relatives au comportement monotone et au comportement cyclique du matériau.

Il a été mis évidence que les paramètres de traitements thermiques avaient un effet sur la limite d'élasticité. Ces différences ont pu être interprétées à l'aide de certaines caractéristiques microstructurales (taille de grains, distance entre précipités) en lien avec les paramètres de traitements thermiques (mise en solution, refroidissement, revenu).

Les différences de comportement entre les huit microstructures testées en fatigue-relaxation sont relativement limitées, notamment en ce qui concerne la contrainte moyenne et les courbes d'écrouissages. De plus, ces différences tendent à diminuer lorsque le niveau de déformation augmente et lorsque le nombre de cycles augmente.

Concernant les relaxations, des différences de contraintes atteintes en fin de relaxation ont pu être mises en évidence. Ces différences ont pu être interprétées à l'aide des caractéristiques microstructurales (largeur des couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires) dans le cas des microstructures issues des traitements supersolvus suivis de différentes conditions de refroidissement. L'interprétation est plus difficile concernant les microstructures issues des traitements supersolvus suivis d'un refroidissement à 100°C/min et de différentes conditions de revenu. Cependant, la microstructure qui relaxe le plus les contraintes est celle qui a été traitée avec la température de revenu la plus élevée.

L'analyse des courbes représentant la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte n'a pas révélé de différence significative entre les huit microstructures testées, excepté pour la microstructure supersolvus issue d'un refroidissement à 100°C/min suivi d'un revenu de 8 h à 700°C.

Finalement, il ressort que le paramètre le plus sensible aux différences de microstructure soit la contrainte atteinte en fin de relaxation. C'est sur ce paramètre que nous allons nous appuyer pour essayer d'expliquer les différences de résistance à la propagation de fissure entre les différentes microstructures dans le Chapitre 7.



---

# Chapitre 7 - Discussion

---

## Sommaire

---

<b>7.1</b>	<b>Analyse des résultats des essais de propagation de fissure à l'aide du comportement en fatigue-relaxation .....</b>	<b>178</b>
7.1.1	Démarche.....	178
7.1.2	Étude des relations entre la contrainte atteinte en fin de relaxation et la vitesse de propagation de fissure.....	185
<b>7.2</b>	<b>Synthèse de l'étude de l'effet des paramètres de traitements thermiques sur les propriétés mécaniques.....</b>	<b>191</b>
<b>7.3</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>200</b>

---

Nous avons étudié le comportement à 650°C de plusieurs microstructures de l'alliage N19 en propagation de fissure en fatigue-fluage dans le Chapitre 5, et en fatigue-relaxation dans le Chapitre 6. Nous allons nous appuyer, dans la première partie de ce Chapitre 7 sur les résultats des essais de fatigue-relaxation pour essayer d'interpréter les résultats obtenus en propagation de fissure en fatigue-fluage. Nous commencerons par exposer la méthode utilisée, avant d'étudier les relations entre ces deux essais. Enfin, nous proposons dans la seconde partie de ce Chapitre 7, une synthèse d'un certain nombre de propriétés mécaniques des différentes microstructures étudiées.

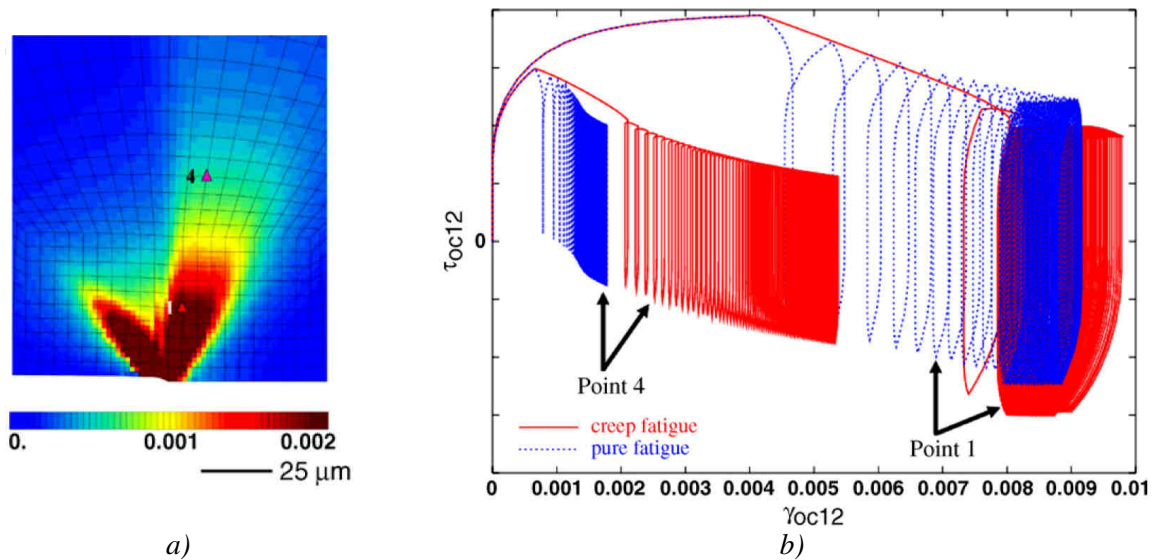
## **7.1 Analyse des résultats des essais de propagation de fissure à l'aide du comportement en fatigue-relaxation**

### **7.1.1 Démarche**

L'influence des paramètres de traitements thermiques et de la microstructure de précipitation sur le comportement en fatigue-relaxation de l'alliage N19 a été étudiée dans le Chapitre 6. En plus de permettre l'étude du comportement en fatigue-relaxation de huit microstructures différentes de l'alliage N19, cet essai de fatigue-relaxation a pour objectif de simuler de façon approximative ce que subit, au cours d'un essai de propagation de fissure, un élément de volume de l'alliage situé à l'extrémité de la fissure, lorsque cette fissure avance. Cette simulation est approximative car, en fond d'entaille de l'éprouvette de propagation de fissure (éprouvette de type SENT, cf. Chapitre 5 § 5.1.1) il y a multi-axialité des contraintes, tandis que la sollicitation est uni-axiale dans le cas de l'essai de fatigue-relaxation (éprouvette lisse et cylindrique, cf. Chapitre 6 § 6.1.2). On considère ici que le comportement d'un élément de volume situé en pointe de fissure au cours de l'essai de propagation de fissure en fatigue-fluage peut être assimilé au comportement d'une éprouvette au cours d'un essai de fatigue-relaxation.

Cette approche tire son origine du modèle initialement proposé par McClintock [McCLINTOCK, 1963]. Ce modèle considère un élément de volume situé en pointe de fissure, appelé « process zone », qui subit une accumulation de dommages en fatigue oligocyclique, la rupture de cet élément de volume entraînant la propagation de la fissure.

Sur la base de ce concept de « process zone », Marchal *et al.* [MARCHAL, 2006 ; RÉMY, 2007] ont modélisé les champs de contraintes et de déformations en pointe de fissure d'une éprouvette de type CT dans un superalliage monocristallin à 950°C. Les résultats de ces simulations sont présentés Figure 7-1. Ils décrivent le comportement local en pointe de fissure dans le cas d'une sollicitation en fatigue (courbe bleue), et dans le cas d'une sollicitation en fatigue-fluage (courbe rouge). C'est ce second cas qui nous intéresse.



**Figure 7-1 : Calculs par éléments finis réalisés pour une fissure soumise à un chargement cyclique dans un superalliage monocristallin à 950°C (axe de chargement [001], direction de propagation de la fissure [100] : a) carte des isovaleurs de glissement octaédrique cumulé à la pointe de fissure après deux cycles de chargement en fatigue-fluage ; b) cission résolue en fonction du glissement sur le système octaédrique (111) [101], aux points 1 et 4, dans le cas de chargements en fatigue pure et en fatigue-fluage [RÉMY, 2007].**

Le calcul a été fait dans une hypothèse de fissure stationnaire et montre qu'il se produit une déformation progressive dans la zone plastifiée en avant de la fissure qui s'accompagne d'une relaxation de la contrainte moyenne. Au voisinage de la fissure (point 1 à 25 μm de la pointe sur la Figure 7-1-a), le cycle contrainte-déformation tend à se stabiliser, après une certaine déformation plastique, autour d'un cycle à contrainte moyenne nulle localement (alors que le chargement de l'éprouvette est en traction entre une charge maximale  $F_{\max}$  et une charge minimale  $0.1F_{\max}$ ).

En nous appuyant sur ces résultats, nous avons représenté de manière schématique et approximative sur la Figure 7-2, les contraintes et les déformations que subirait un élément de volume situé en pointe de fissure en fonction de sa distance au fond de fissure, dans le cas d'une éprouvette SENT en superalliage polycristallin soumise à un chargement cyclique de type fatigue-fluage, tel que celui appliqué dans les essais de propagation de fissure en fatigue-fluage et présenté au Chapitre 5, paragraphe 5.3 (Figure 5-2).

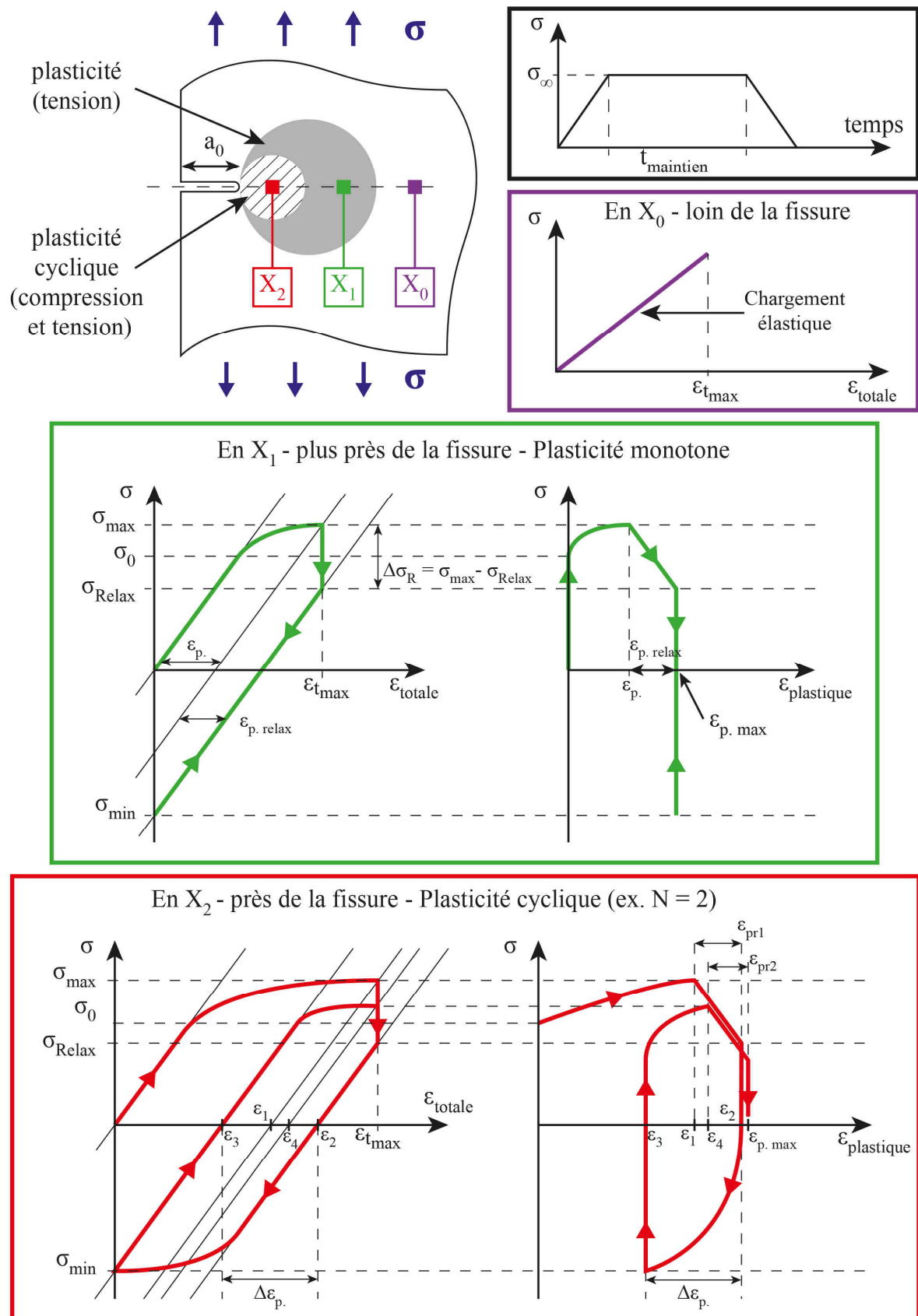
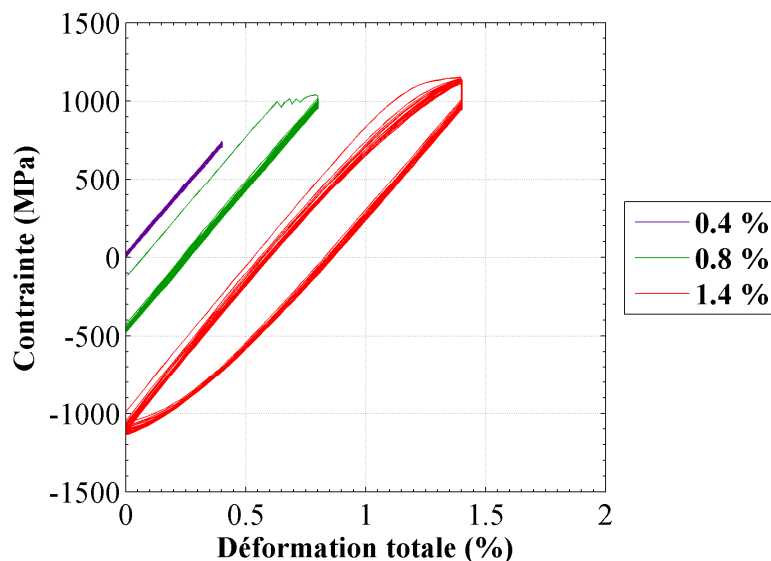


Figure 7-2 : Représentation schématique du comportement d'un élément de volume situé en pointe de fissure en fonction de sa distance au fond de fissure.

- En un point  $X_0$  localisé loin de la fissure, le chargement est purement élastique. Ce comportement est similaire à celui observé en fatigue-relaxation pour des niveaux de déformation faibles, n'introduisant pas de déformation plastique en traction. C'est le cas, par exemple, des cycles effectués à des déformations inférieures à 0.6 % dans le cas de la microstructure supersolvus de référence (SUP + R100 + r775), comme le montrent les cycles à 0.4 % de déformation de la Figure 7-3.
- En un point  $X_1$  situé un peu plus près de la fissure dans la zone de déformation plastique, l'élément de volume subit une déformation plastique uniquement en traction au premier cycle. Il n'y a pas de plasticité en compression. Après le premier cycle, le comportement est élastique. La plasticité est monotone. Ce comportement est similaire à celui observé au cours des essais de fatigue-relaxation pour les premiers cycles des niveaux de déformation où il n'y a pas, ou peu, de plasticité en compression. C'est le cas, par exemple, des cycles effectués à des amplitudes de déformation comprises entre 0.6 % et 1.2 % dans le cas de la microstructure supersolvus de référence (voir par exemple les cycles à 0.8 % de la Figure 7-3).
- Enfin, en un point  $X_2$  situé à proximité immédiate de la pointe de fissure dans la zone de déformation plastique, l'élément de volume subit une déformation plastique à la fois en traction et en compression à chaque cycle. La plasticité est cyclique. Ce comportement est similaire à celui observé au cours des essais de fatigue-relaxation à partir de 1.2 % de déformation dans le cas de la microstructure supersolvus de référence (voir par exemple les cycles à 1.4 % de la Figure 7-3).

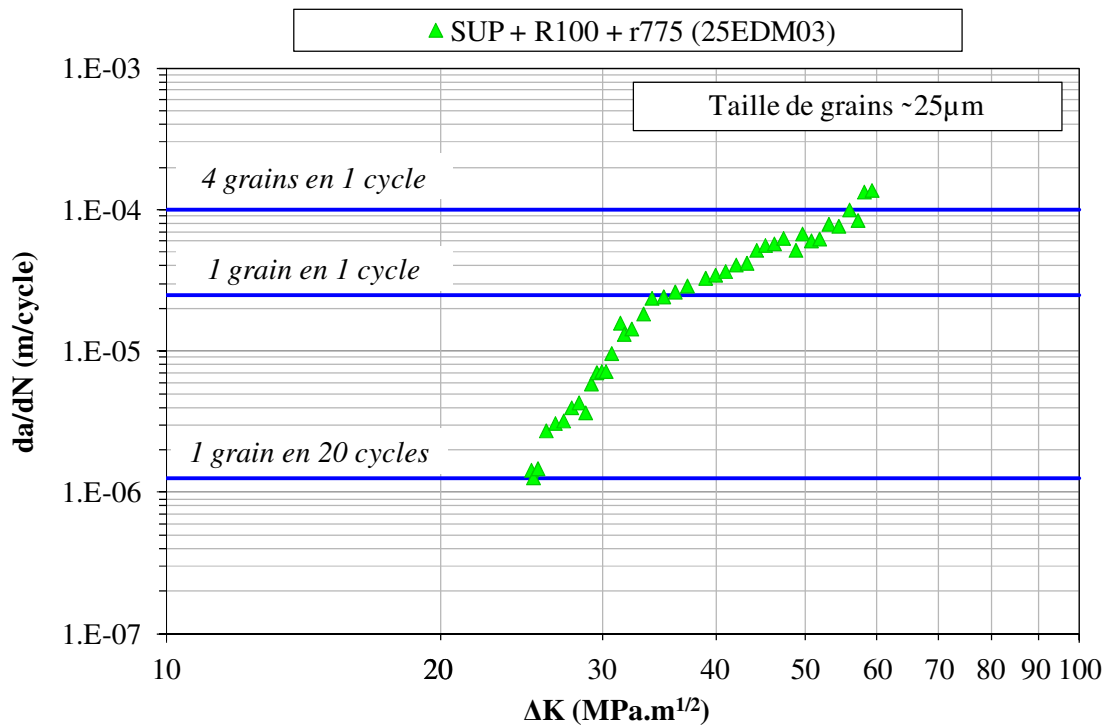


**Figure 7-3 : Évolution de la contrainte en fonction de la déformation totale à 0.4 %, 0.8 % et 1.4 %, à 650°C, lors de l'essai de fatigue-relaxation dans le cas de la microstructure supersolvus de référence (SUP + R100 + r775, éprouvette 25EDM01).**

Si on suppose que la taille de l'élément de volume est de l'ordre de quelques grains, il est nécessaire de tenir compte de la vitesse de propagation de fissure. En effet, au fur et à mesure que la fissure avance, la vitesse de propagation de fissure augmente, et la distance parcourue par la fissure en un cycle est équivalente à un nombre de grains de plus en plus grand. Sur le graphique de la Figure 7-4, la distance équivalente à un nombre de grains traversés a été estimée à partir de la vitesse de propagation de fissure et de la taille moyenne de grains



mesurée dans le cas d'une microstructure supersolvus, soit environ  $25\text{ }\mu\text{m}$ , en considérant le problème à deux dimensions (soit une section longitudinale de l'éprouvette d'une épaisseur correspondant à un grain, et une propagation de la fissure perpendiculaire à l'axe de sollicitation).



**Figure 7-4 : Distance équivalente à un nombre de grains traversés par la fissure en un cycle lors d'un essai de propagation de fissure en fatigue-fluage à  $650^{\circ}\text{C}$  de la microstructure de l'alliage N19 issue du traitement supersolvus de référence (SUP + R100 + r775, éprouvette 25EDM03).**

Au début de l'essai de propagation de fissure, la vitesse de propagation est faible :  $1.25 \cdot 10^{-6}\text{ m/cycle}$ . À cette vitesse, il faut environ 20 cycles pour que la fissure avance suffisamment, de manière à traverser une distance équivalente à un grain de  $25\text{ }\mu\text{m}$ . Un élément de volume situé en pointe de fissure subit alors une sollicitation cyclique. Cette situation peut être décrite par la représentation de la Figure 7-2 aux points  $X_0$ ,  $X_1$  et  $X_2$ , pour un nombre de cycles compris entre 2 et 20 : ce comportement correspond approximativement à celui obtenu de manière expérimentale au cours des cycles effectués à différents niveaux de déformation lors de l'essai de fatigue-relaxation.

Ensuite, lorsque la vitesse de propagation de fissure atteint  $2.5 \cdot 10^{-5}\text{ m/cycle}$ , il ne faut plus qu'un cycle pour que la fissure avance d'une distance équivalente à un grain. Un élément de volume situé en pointe de fissure ne subit plus une sollicitation cyclique, mais une sollicitation monotone. Cette situation peut encore être décrite à l'aide de la représentation de la Figure 7-2 aux points  $X_0$ ,  $X_1$  et  $X_2$ , mais cette fois-ci pour un seul cycle, c'est-à-dire un seul chargement suivi d'un temps de maintien et d'un déchargement. Ce comportement peut également être assimilé, de manière approximative, au comportement de l'éprouvette de l'essai de fatigue-relaxation au cours du premier cycle de chaque niveau de déformation.

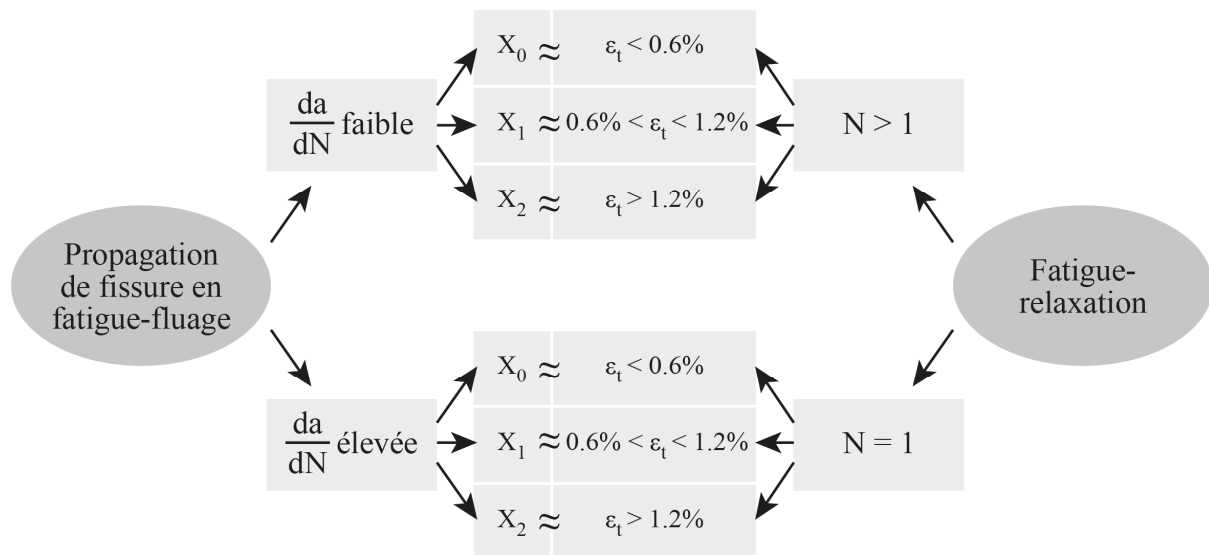
L'essai de fatigue-relaxation permet donc d'accéder à plusieurs niveaux d'informations concernant le comportement d'un élément de matériau situé en pointe de fissure au cours d'un essai de propagation de fissure en fatigue-fluage. Le comportement en pointe de fissure lors de l'essai de propagation de fissure peut être simulé par le comportement obtenu par les essais

de fatigue-relaxation, le niveau de déformation à considérer dépendant de la proximité à la pointe de fissure :

- pour un point situé à proximité immédiate de la pointe de fissure, le comportement est simulé par les cycles effectués en fatigue-relaxation avec des niveaux de déformations importants ( $> 1.2\%$ ) ;
- pour un élément situé un peu plus loin de la pointe de fissure, mais toujours dans la zone de déformation plastique, le comportement est simulé par les cycles effectués en fatigue-relaxation à des niveaux de déformation moins élevés ( $< 1.2\%$ ), mais suffisamment élevés pour avoir de la déformation plastique en traction et de la relaxation.

Enfin, pour chaque niveau de déformation appliquée, le premier cycle donne des informations sur le comportement en pointe de fissure lorsque la vitesse de propagation de fissure est élevée, tandis que les cycles suivants donnent une indication sur le comportement en pointe de fissure lorsque la vitesse de propagation est basse.

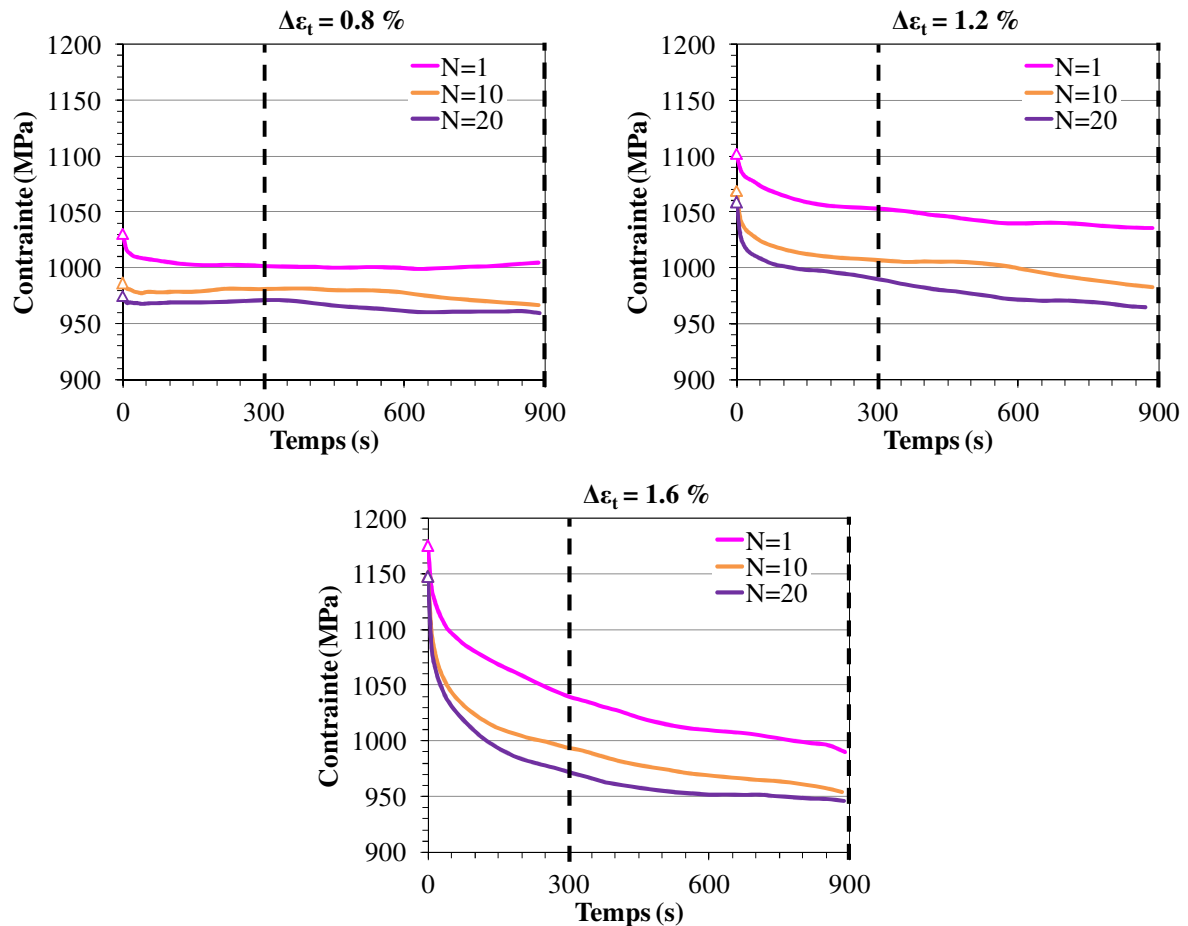
Un résumé de ces informations est proposé Figure 7-5.



**Figure 7-5 : Résumé des différentes informations obtenues à partir de l'essai de fatigue-relaxation concernant le comportement d'un élément de matière localisé en pointe de fissure.**

Cependant, les hypothèses que nous avons émises seraient à vérifier par un calcul par éléments finis sur une éprouvette de type SENT (géométrie d'éprouvette qui a été utilisée pour les essais de propagation de fissure en fatigue-fluage).

Au début du temps de maintien, la fissure est soumise à  $\sigma_{\max}$ , et à la fin du temps de maintien à  $\sigma_{\text{Relax}}$ . Il est important de noter que dans le cas des essais de propagation de fissure, le temps de maintien à la charge maximale était de 300 secondes (cf. Chapitre 5, § 5.1.3, Figure 5.2), tandis que le cas des essais de fatigue-relaxation, la durée du maintien à déformation maximale était de 900 secondes (cf. Chapitre 6, § 6.1.1, Figure 6.1). Cependant, l'observation des courbes de relaxation aux niveaux de déformation 0.8 %, 1.2 % et 1.6 % (cf. Figure 7-6) révèle qu'après 300 secondes de maintien à la déformation maximale, une part importante des contraintes a déjà été relaxée.



**Figure 7-6 : Relaxation de la contrainte en fonction du temps pour les cycles 1, 10 et 20, à 0.8 %, 1.2 % et 1.6 % de déformation (cas de la microstructure supersolvus de référence SUP + R100 + r775, éprouvette 25EDM01).**

La contrainte que voit le matériau en début de relaxation, c'est-à-dire la contrainte maximale  $\sigma_{\max}$ , et la contrainte vue par le matériau en fin de relaxation  $\sigma_{\text{Relax}}$ , appelée  $\sigma_{900s}$  dans les essais de fatigue-relaxation, dépendent de la limite d'élasticité, et donc de la microstructure. Nous avons mis en évidence, dans le Chapitre 6 § 6.2.2.4, un effet visible, mais modéré, de la température de remise en solution, des conditions de refroidissement et des conditions de revenu sur la contrainte mesurée en fin de relaxation  $\sigma_{900s}$  au cours des cycles effectués à des niveaux de déformations supérieures à 0.6 %. Nous avons également mis en évidence, dans le Chapitre 5, un effet significatif du traitement de mise en solution et des conditions de refroidissement sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage de l'alliage N19 à 650°C. L'effet de la température de revenu est, quant à lui, beaucoup moins manifeste.

### 7.1.2 Étude des relations entre la contrainte atteinte en fin de relaxation et la vitesse de propagation de fissure

Plusieurs auteurs se sont intéressés au rôle de la capacité à relaxer les contraintes d'une microstructure sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage. Un certain nombre de travaux ont été consacrés à l'étude du comportement en propagation de fissure de deux microstructures de l'alliage N18 : une microstructure « de peau » et une microstructure « de cœur », en référence à la localisation de ces microstructures dans une ébauche de disque de turbine. La microstructure de peau présente des précipités  $\gamma'$  secondaires plus fins que la microstructure de cœur car la vitesse de refroidissement est plus élevée en peau qu'à cœur [HOCHSTETTER, 1994]. Chassaigne a associé la meilleure résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage de la microstructure de cœur par rapport à la microstructure de peau à la plus grande capacité à relaxer les contraintes de la microstructure de cœur [CHASSAIGNE, 1997]. Plus récemment, Telesman *et al.* ont eux-aussi observé un lien entre la vitesse de propagation de fissure avec un temps de maintien de 90 secondes à 704°C et la contrainte atteinte à la fin d'un essai de relaxation de 1 h à 1 % de déformation totale à la même température pour plusieurs microstructures de l'alliage LSHR issues de différents traitements thermiques (voir Figure 7-10) : les microstructures de cet alliage qui présentent les vitesses de propagation les plus faibles sont celles qui présentent les contraintes les plus faibles en fin de relaxation [TELESMAN, 2008].

Nous avons donc cherché à corréliser les contraintes mesurées en fin de relaxation au cours des cycles effectués lors des essais de fatigue-relaxation avec la vitesse de propagation de fissure. Pour cela, nous avons représenté sur la Figure 7-7 la vitesse de propagation de fissure mesurée à  $\Delta K = 40 \text{ MPa.m}^{1/2}$  en fonction de la contrainte atteinte à la fin de la relaxation  $\sigma_{900s}$  du premier cycle à 1.6 % de déformation, pour les huit microstructures du N19 qui ont été testées à la fois en propagation de fissure et en fatigue-relaxation. Le choix du  $\Delta K = 40 \text{ MPa.m}^{1/2}$  correspond à des vitesses de propagation de fissure plutôt élevées, dans le régime de Paris, et le choix du niveau de déformation à 1.6 % correspond à l'hypothèse d'un élément de volume situé à proximité immédiate de la pointe de fissure, point X<sub>2</sub> (voir Figure 7-2).

Le graphique de la Figure 7-8 montre qu'il est possible de corréliser la vitesse de propagation de fissure avec la contrainte mesurée en fin de relaxation dans le cas des microstructures issues des traitements supersolvus suivis de différentes conditions de refroidissement (sauf dans le cas du refroidissement double-pente que nous avons considéré à part car sa microstructure de précipitation est très différente de celles des microstructures issues des traitements avec une seule vitesse de refroidissement). Il apparaît que la vitesse de propagation de fissure est plus basse lorsque la contrainte atteinte en fin de relaxation est plus basse. Ceci suggère qu'il existe une relation entre la résistance à la propagation de fissure et la relaxation des contraintes. Ces observations vont dans le sens des résultats des travaux de Hochstetter et de Chassaigne sur l'alliage N18 [HOCHSTETTER, 1994 ; CHASSAIGNE, 1997] et de ceux de Telesman *et al.* sur l'alliage expérimental 10 et le LSHR [TELESMAN, 2008 ; TELESMAN, 2004].

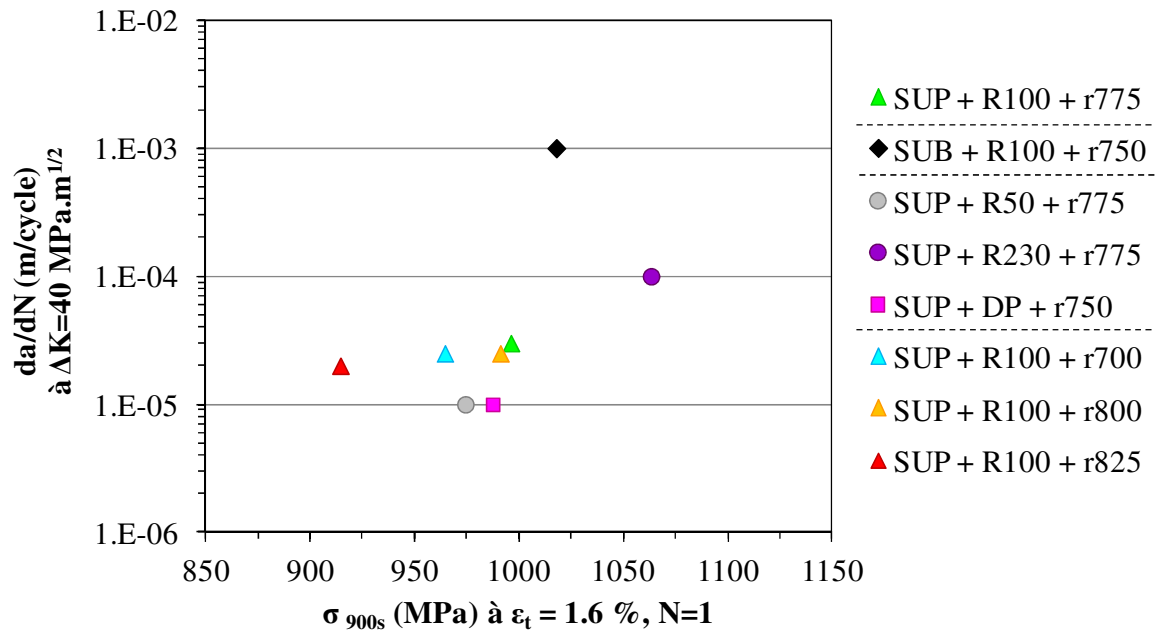


Figure 7-7 : Représentation de la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage (mesurée à  $\Delta K = 40 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ) en fonction de la contrainte mesurée à la fin de la relaxation au cours du premier cycle à 1.6 % de déformation, à 650°C, et en fonction des paramètres de traitements thermiques appliqués à l'alliage N19.

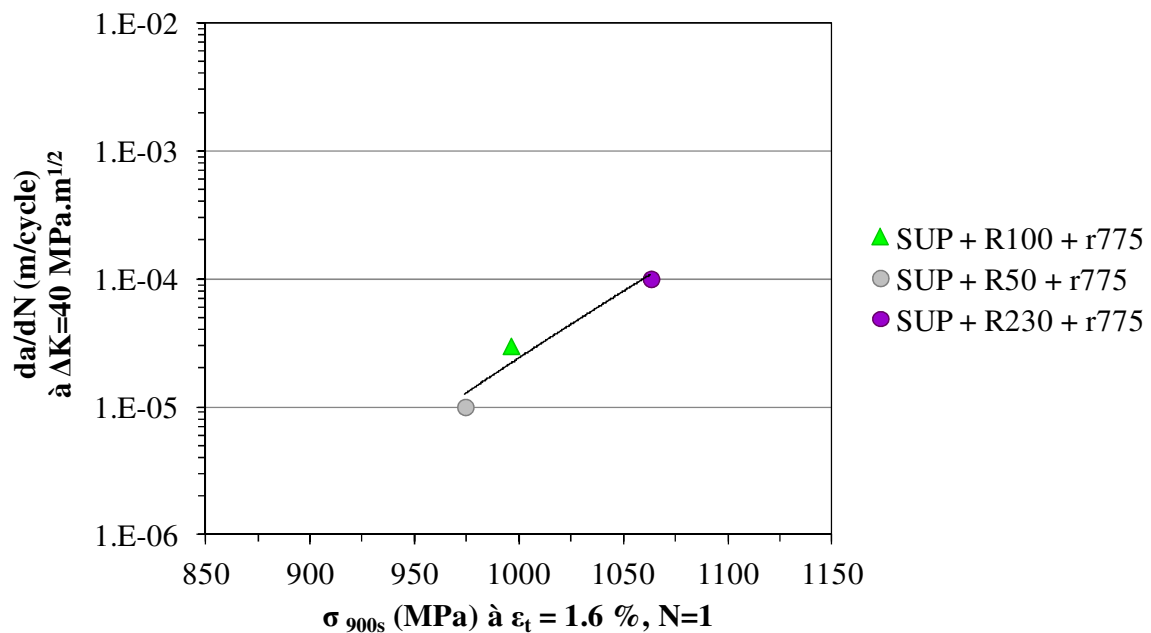
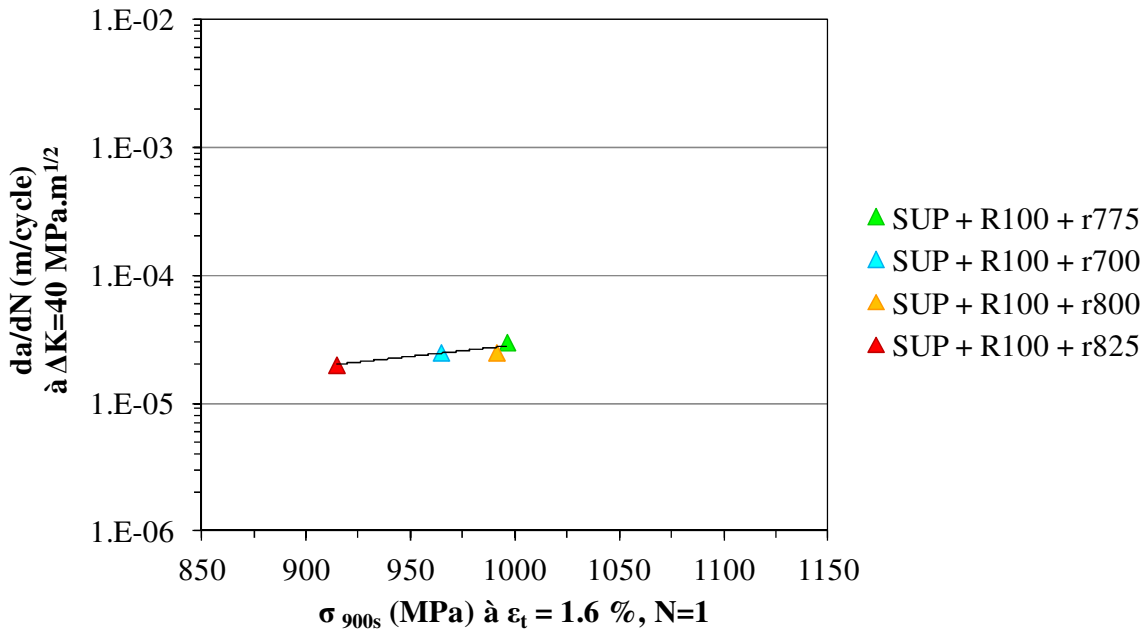


Figure 7-8 : Représentation de la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage (mesurée à  $\Delta K = 40 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ) en fonction de la contrainte mesurée à la fin de la relaxation au cours du premier cycle à 1.6 % de déformation, à 650°C, et en fonction de la vitesse de refroidissement.



**Figure 7-9 : Représentation de la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage (mesurée à  $\Delta K = 40 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ) en fonction de la contrainte mesurée à la fin de la relaxation au cours du premier cycle à 1.6 % de déformation, à 650°C, et en fonction de la température de revenu.**

#### *Cas de la microstructure issue du refroidissement double pente*

Il est difficile de comparer la microstructure issue d'un traitement supersolvus suivi d'un refroidissement double-pente (et d'un revenu) avec les autres microstructures, car la distribution des précipités  $\gamma'$  est très différente. En effet, si dans les microstructures issues des traitements avec des refroidissements à vitesse constante, la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires semble jouer un rôle majeur dans la relaxation des contraintes, dans le cas du double-pente il n'est plus possible de considérer la distance entre les gros précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération qui ont germé pendant la première partie du refroidissement à 25°C/min. Il est plus juste de considérer la distance entre ces gros précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération et les petits précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération (qui sont localisés entre ceux de la première génération). Cette distance est très proche de celle mesurée entre les précipités  $\gamma'$  secondaires sur la microstructure issue du refroidissement à 50°C/min. On constate également que ces deux microstructures présentent une résistance à la propagation de fissure en fatigue-fluage similaire et des contraintes  $\sigma_{900s}$  proches.

Si l'hypothèse selon laquelle, plus la contrainte mesurée en fin de relaxation est faible, plus la résistance à la propagation de fissure est grande se vérifie dans le cas des microstructures issues des traitements supersolvus avec différentes vitesses de refroidissement, il n'en va pas de même concernant les conditions de mise en solution et les conditions de revenu.

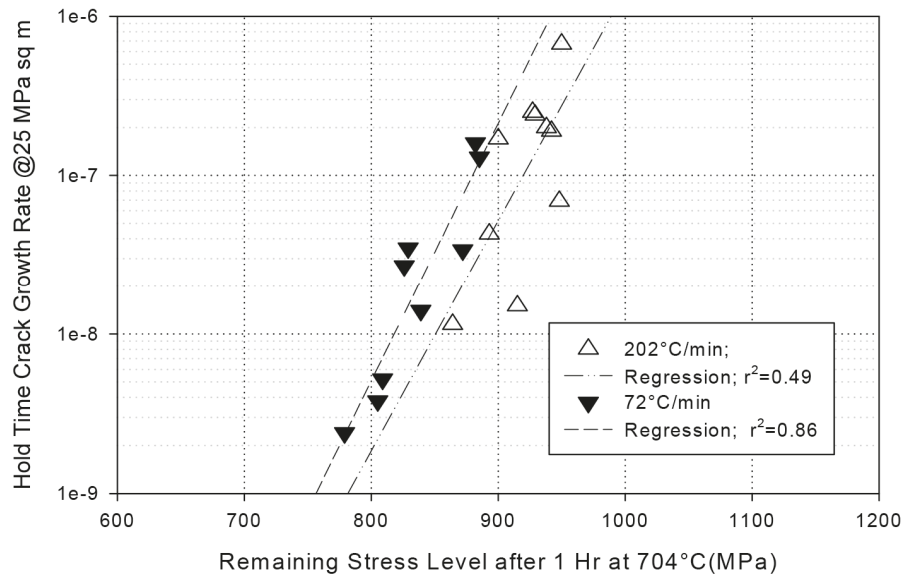
Dans le cas des microstructures traitées avec différentes températures de mise en solution, cette hypothèse se vérifie partiellement. Si on considère le premier cycle à 1.6 % de déformation, la contrainte atteinte en fin de relaxation dans le cas de la microstructure subsolvus est effectivement supérieure à celle atteinte dans le cas de la microstructure

supersolvus de référence, et on constate également que la vitesse de propagation de fissure est supérieure dans la microstructure subsolvus. Toutefois, d'une part l'écart de  $\sigma_{900s}$  entre ces deux microstructures devient nul pour 1.8 % de déformation (*cf.* Chapitre 6, § 6.2.2.4, Figure 6-15 a), et d'autre part, les contraintes atteintes en fin de relaxation  $\sigma_{900s}$  au dernier cycle ( $N = 20$ ) de chaque niveau de déformation sont égales pour ces deux microstructures. Ceci suggère que la microstructure subsolvus à grains fins, relaxe aussi bien les contraintes que la microstructure supersolvus de référence à gros grains dès que le comportement est cyclique. Pourtant la vitesse de propagation de fissure est bien plus élevée dans la microstructure à grains fins subsolvus que dans la microstructure à gros grains supersolvus. Or, les observations des faciès de rupture de la microstructure subsolvus et de la microstructure supersolvus de référence ont montré que la propagation de fissure était principalement intergranulaire (*cf.* Chapitre 5, § 5.3.4). Il faut considérer ici un effet de taille de grains : ces deux microstructures subsolvus et supersolvus ont des tailles de grains différentes, respectivement de 5  $\mu\text{m}$  et 25  $\mu\text{m}$  en moyenne, ce qui a une influence directe sur la vitesse de propagation de fissure. Un effet de taille de grains sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage des superalliages est généralement observé : lorsque les grains sont petits, il y a plus de joints de grains, et donc, il y a plus de possibilités de faire propager la fissure dans ces joints de grains.

En ce qui concerne les microstructures issues d'une mise en solution supersolvus à 1180°C pendant 2 h suivie d'un refroidissement à 100°C/min et d'un revenu de 8 h à des températures comprises entre 700°C et 825°C, il y a un effet significatif de la température de revenu sur la valeur de contrainte atteinte en fin de relaxation. En effet, nous avons vu au Chapitre 6 (*cf.* § 6.2.2.4, Figure 6-15-c) que cette contrainte était maximale après un revenu à 775°C (température conduisant à un pic de dureté) et minimale après un revenu à 825°C, et que les valeurs mesurées pour les deux autres températures de revenu, 700°C et 800°C, étaient comprises entre ces deux valeurs. Par contre, il y a peu de différence de vitesse de propagation de fissure entre ces quatre microstructures. De plus, il ne semble pas y avoir de tendance marquée entre la vitesse de propagation de fissure et la contrainte en fin de relaxation dans le cas des différentes températures de revenu, comme le montre le graphique de la Figure 7-9. Ceci suggère qu'il n'y a pas de relation d'équivalence entre la contrainte mesurée en fin de relaxation et la vitesse de propagation de fissure pour ces microstructures issues d'un refroidissement à 100°C/min suivi d'un revenu de 8 h à différentes températures.

Pourtant, Telesman *et al.* ont effectivement constaté une relation entre la vitesse de propagation de fissure et la contrainte mesurée à la fin d'un essai de relaxation d'une heure à 1 % de déformation, à 704°C, dans l'alliage LSHR pour différentes conditions de revenu (*cf.* Figure 7-10) [TELESMAN, 2008]. Ils ont montré que la contrainte relaxée était liée au diamètre des précipités  $\gamma'$  tertiaires, qui est lui-même relié aux conditions de revenu. Ils ont observé également un lien entre la vitesse de propagation de fissure et le diamètre des précipités  $\gamma'$  tertiaires.





**Figure 7-10 : Vitesses de propagation de fissure avec temps de maintien mesurées en fonction de la contrainte mesurée à la fin d'une relaxation de 1 h à 1 % de déformation à 704°C dans le cas de l'alliage LSHR traité selon plusieurs conditions de revenu, après une mise en solution supersolvus à 1171°C, suivie de deux vitesses de refroidissement différentes [TELESMAN, 2008].**

Dans les microstructures de l'alliage N19 refroidies à 100°C/min, la taille des couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires est petite (entre 60 et 90 nm) et les tertiaires sont localisés dans les couloirs les plus larges. Il ne semble pas y avoir de connexité entre ces zones comportant des  $\gamma'$  tertiaires, ce qui amène à penser que les précipités  $\gamma'$  tertiaires ne peuvent pas jouer un rôle dans la relaxation des contraintes dans ce type de microstructure, alors que cela est le cas dans l'alliage LSHR (cf. TELESMAN, 2008).

Cependant, il y a un effet de la température de revenu sur la contrainte mesurée en fin de relaxation. Les propriétés en traction et la résistance au fluage sont également sensibles aux conditions de revenu (cf. résultats de traction et de fluage de l'Onera [ONERA, 2012]). Donc, il y a bien un effet des conditions de revenu sur les propriétés mécaniques en traction et en fluage, et sur le comportement en fatigue-relaxation. Toutefois, cet effet ne semble pas être directement lié au diamètre des  $\gamma'$  tertiaires car ils ne sont pas présents dans la plupart des couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires (après un refroidissement à 100°C/min). Nous avons supposé que cet effet était lié à la concentration en éléments de durcissement de solution solide de la matrice, qui est modifiée par les conditions de revenu.

Ces résultats nous amènent à nous demander :

- pourquoi l'effet des conditions de revenu sur la vitesse de propagation de fissure est faible alors qu'il y a effet significatif du revenu sur la contrainte atteinte en fin de relaxation, dans le cas de l'alliage N19, après une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min.
- pourquoi il n'y a pas de lien entre la contrainte atteinte en fin de relaxation et la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage pour les différentes conditions de revenu étudiées (après une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min) alors qu'il y a une corrélation entre ces deux paramètres pour les microstructures étudiées issues des traitements supersolvus suivis de différentes vitesses de refroidissement.



Nous avons formulé plusieurs hypothèses pour tenter de répondre à ces questions.

La vitesse de propagation de fissure semble ne pas dépendre uniquement de la valeur de la contrainte atteinte en fin de relaxation. Lors de la propagation d'une fissure, il y a de la plasticité, mais aussi de l'endommagement en pointe de fissure. Or, cet endommagement ne peut pas être décrit par un essai de comportement en fatigue-relaxation car la rupture fait appel à d'autres composantes que la plasticité.

Indépendamment du rôle de la relaxation de contraintes intragranulaire de la microstructure, il semble qu'il y ait un effet de la microstructure intergranulaire sur la vitesse de propagation de fissure. Cette hypothèse est confortée par le fait que la propagation de fissure est essentiellement intergranulaire, dans les conditions et sur les microstructures testées. Cependant, il faudrait faire un examen plus approfondi des faciès de rupture des éprouvettes testées en propagation de fissure en fatigue-fluage afin de quantifier la part de rupture intergranulaire et la part de rupture intragranulaire pour chacune de ces microstructures. De plus, il serait intéressant de faire des caractérisations et des analyses au niveau des joints de grains ou au voisinage de ceux-ci sur les différentes microstructures étudiées.

Nous avons observé que la vitesse de refroidissement avait un effet significatif sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage, et que le revenu, après un refroidissement à 100°C/min, n'avait pas d'effet. Or, la seule constante entre les différentes microstructures issues des différents traitements de revenus, est la vitesse de refroidissement. Par conséquent, nous pouvons supposer que la vitesse de refroidissement a un effet sur la microstructure intergranulaire. Cependant, il est difficile de déterminer la nature de cet effet.

Cette absence de relation entre la contrainte atteinte en fin de relaxation et la vitesse de propagation de fissure après différentes conditions de revenu a été observée pour des microstructures issues d'une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min, avec des couloirs étroits entre les précipités  $\gamma'$  secondaires et une répartition des précipités  $\gamma'$  tertiaires non homogène. Il est envisageable que, si les microstructures testées avec différentes conditions de revenu avaient eu une précipitation de  $\gamma'$  tertiaires bien répartie entre des précipités  $\gamma'$  secondaires plus distants les uns des autres, une relation entre la contrainte atteinte en fin de relaxation et la vitesse de propagation de fissure aurait pu être observée.

## 7.2 Synthèse de l'étude de l'effet des paramètres de traitements thermiques sur les propriétés mécaniques

Dans un disque de turbine, il est nécessaire d'avoir un matériau qui présente à la fois de bonnes propriétés en traction et en fatigue pour la partie du disque proche de l'alésage, et une bonne résistance au fluage et à la propagation de fissure dans la zone en périphérie du disque. Au cours de cette étude, huit à dix microstructures de l'alliage N19 issues de séquences de traitements thermiques différentes ont pu être testées en traction et en fluage par l'ONERA, et en propagation de fissure en fatigue-fluage et en fatigue-relaxation au Centre des Matériaux de Mines ParisTech. La sélection de ces dix microstructures a été effectuée de manière à pouvoir étudier l'effet des paramètres de traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de l'alliage N19 (cf. Chapitre 4) :

- Effet du traitement de mise en solution ;
- Effet des conditions de refroidissement ;
- Effet de la température de revenu.

Les résultats des essais de propagation de fissure en fatigue-fluage et de fatigue-relaxation ont été présentés respectivement dans le Chapitre 5 et dans le Chapitre 6. En ce qui concerne les essais de traction qui ont été réalisés à l'ONERA, seules les valeurs de limite d'élasticité pour chaque microstructure ont été présentées dans le paragraphe 6.2.1 du Chapitre 6 et ont été comparées avec les valeurs de limite d'élasticité mesurées à partir des essais de fatigue-relaxation à 650°C. Les résultats des essais de fluage, qui ont eux-aussi été réalisés à l'ONERA n'ont pas été présentés dans ce manuscrit, mais un classement des microstructures en fonction des temps à rupture est présenté dans les paragraphes qui suivent.

Nous proposons ici une synthèse des résultats de ces essais sous la forme d'un classement des huit microstructures pour chaque propriété mécanique étudiée (remarque : les deux microstructures issues des traitements incluant un refroidissement avec un palier, voir Chapitre 4 § 4.2.2.3, n'ont pas été intégrées dans cette synthèse car les essais de fatigue-relaxation n'ont pas pu être réalisés sur ces deux microstructures).

### Propriétés en traction

La microstructure qui présente les meilleures propriétés en traction est la microstructure subsolvus car sa taille de grains est plus petite (environ 5  $\mu\text{m}$ ) que celles des microstructures supersolvus (environ 25  $\mu\text{m}$ ). Concernant les microstructures supersolvus, la limite d'élasticité la plus haute a été mesurée dans le cas de la microstructure qui est issue du traitement avec la vitesse de refroidissement la plus rapide (230°C/min), qui est aussi celle qui présente la distance entre précipités  $\gamma'$  secondaires la plus faible. Enfin, parmi les microstructures issues des traitements de mise en solution supersolvus suivis d'un refroidissement à 100°C/min et d'un revenu, la température de revenu de 775°C permet d'obtenir la microstructure avec la plus haute limite d'élasticité. Nous avons déjà vu que cette température conduisait à une dureté maximale. La limite d'élasticité la plus basse a été mesurée dans le cas de la microstructure qui a eu un revenu à 825°C. Ces informations sont résumées sur la Figure 7-11.

### Résistance au fluage

La microstructure subsolvus est moins résistante au fluage à 700°C avec une contrainte appliquée de 700 MPa que les microstructures supersolvus. Dans cette gamme de températures et de contraintes, une microstructure à gros grains présente une meilleure résistance au fluage qu'une microstructure à grains fins car une part importante du fluage se produit par fluage aux joints de grains, c'est-à-dire qu'il se produit un glissement aux joints de grains résultant d'une déformation plastique localisée à proximité immédiate des joints de grains, aidée par la diffusion qui est plus rapide dans les joints de grains.

Pour une même taille de grains, la résistance au fluage est plus élevée pour la microstructure issue du traitement avec la vitesse de refroidissement la plus élevée (230°C/min). Cette microstructure est celle qui présente la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires la plus faible, car plus la taille de grains est grande, plus la part de déformation par glissement intragranulaire des dislocations est importante, et celle-ci est d'autant plus difficile que la distance entre précipités est faible. Concernant les deux autres vitesses de refroidissement, le temps à rupture est un peu plus long pour le refroidissement à 50°C/min que pour le refroidissement à 100°C/min.

Pour une même distance entre précipités  $\gamma'$  secondaires (même vitesse de refroidissement à 100°C/min), la résistance au fluage est d'autant plus élevée que la température de revenu est basse. On suppose qu'après un revenu à 700°C pendant 8 h, le durcissement de solution solide de la matrice est maximal, et dans les zones où il y a des précipités  $\gamma'$  tertiaires, ils sont très serrés et doivent être suffisamment difficiles à cisailer. De plus, les observations en microscopie électronique à transmission ont montré que la largeur de la zone dénudée en  $\gamma'$  tertiaires autour des  $\gamma'$  secondaires était minimale. Lorsque la température de revenu est augmentée, il est supposé que le durcissement de solution solide de la matrice  $\gamma$  diminue, et il a été observé, d'une part, que les  $\gamma'$  tertiaires grossissent et sont partiellement remis en solution, et que d'autre part, la largeur de la zone dénudée à proximité immédiate des précipités  $\gamma'$  secondaires augmente (cf. Chapitre 4, § 4.2.3).

Le classement de toutes ces microstructures en fonction du temps à rupture est présenté Figure 7-12. Ce classement diffère légèrement lorsque le paramètre considéré est le temps nécessaire pour atteindre 0.2 % de déformation et pour atteindre 1 % de déformation au lieu du temps à rupture.

### Vitesse de propagation de fissure

La microstructure subsolvus présente une vitesse de propagation de fissure supérieure à celles des microstructures supersolvus (voir Chapitre 5, § 5.3.1). Une petite taille de grains est favorable à la propagation de fissure en fatigue-fluage. La vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage diminue lorsque la vitesse de refroidissement diminue dans le cas des microstructures supersolvus. Nous avons relié cet effet à une meilleure capacité à relaxer les contraintes des microstructures issues des traitements avec un refroidissement plus lent du fait de l'espacement plus grand des précipités  $\gamma'$  secondaires (voir Chapitre 5, § 5.3.2). Enfin, la température de revenu ne semble avoir qu'un effet très faible sur la vitesse de propagation de fissure de l'alliage N19 après une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min (voir Chapitre 5, § 5.3.3). Le classement de toutes ces microstructures en fonction de la vitesse de propagation de fissure est présenté Figure 7-13.

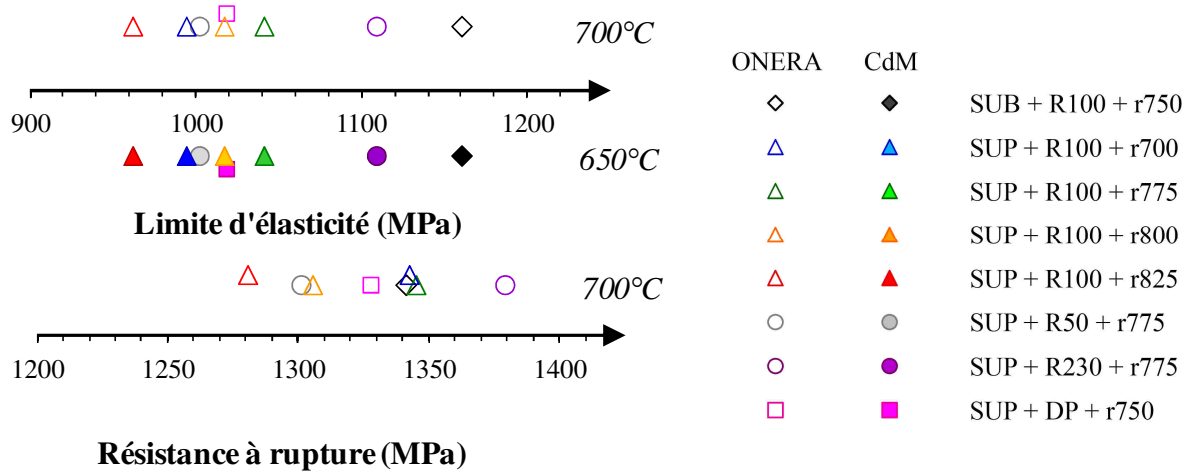


Figure 7-11 : Classement des huit microstructures de l'alliage N19 à partir de leurs limites d'élasticité mesurées à 650°C et 700°C, et de leur résistance à la rupture à 700°C. Les résultats à 700°C proviennent des données ONERA [ONERA, 2012], les résultats à 650°C proviennent des essais de fatigue-relaxation réalisés au Centre des Matériaux.

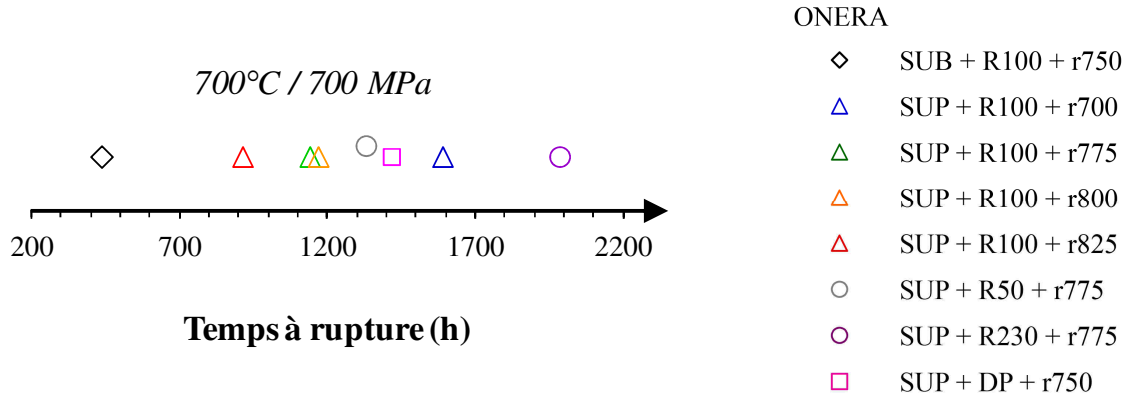


Figure 7-12 : Classement des huit microstructures de l'alliage N19 en fonction de leur temps à rupture en fluage à 700°C sous une contrainte de 700 MPa. Ce classement a été établi à partir des données ONERA [ONERA, 2012].

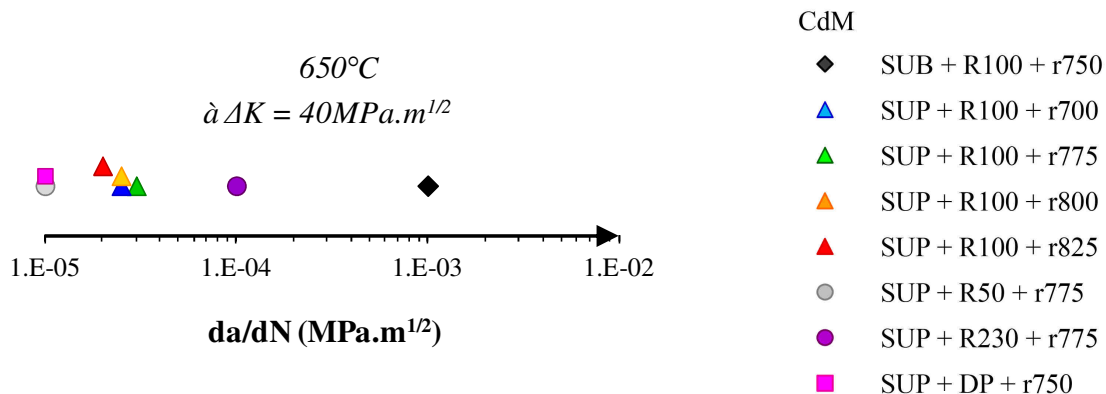


Figure 7-13 : Classement des huit microstructures de l'alliage N19 en fonction de leur vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C.

Les résultats des essais de propagation de fissure en fatigue-fluage et des essais de fatigue-relaxation qui ont été présentés dans les Chapitres 5 et 6, et plus généralement les résultats de l'ensemble des essais mécaniques qui ont été réalisés au cours de ce projet, ont permis de mettre en évidence les effets de certaines caractéristiques microstructurales sur les propriétés mécaniques étudiées, à savoir :

- un effet de la taille de grains, à l'aide des traitements thermiques réalisés soit à une température subsolvus, soit à une température supersolvus,
- un effet de la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires, par l'intermédiaire des traitements de remise en solution supersolvus suivis de différentes conditions de refroidissement.

Ces résultats ont permis de suggérer un effet de la concentration en éléments de durcissement de solution solide de la matrice et/ou de la taille des  $\gamma'$  tertiaires, au travers des revenus réalisés avec différentes températures de revenu après une remise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min.

Nous avons présenté dans le Tableau 7-1, de manière très simplifiée, les principales caractéristiques des microstructures qui ont présenté la limite d'élasticité la plus élevée à 650°C, le temps à rupture le plus long en fluage à 700°C avec une contrainte de 700MPa, la vitesse de propagation de fissure et la contrainte atteinte en fin de relaxation lors de la première relaxation à 1.6 % de déformation les plus faibles.

Nous avons préféré évoquer la température de revenu plutôt que la taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires ou le durcissement en éléments de solution solide car d'une part, il subsiste un doute quant au rôle des  $\gamma'$  tertiaires après les refroidissements à 230°C/min, 100°C/min et 50°C/min (dans le cas particulier du traitement sur ébauche car la microstructure qui a été observée après un refroidissement à 50°C/min sur les échantillons de métallographies, examinée dans le paragraphe 3.3.1 du Chapitre 3, présente des précipités  $\gamma'$  secondaires beaucoup plus espacés et plus gros, cf. Chapitre 4, § 4.2.1) étant donné que ces précipités  $\gamma'$  tertiaires sont très localisés, et d'autre part, le rôle de la concentration en éléments de durcissement de solution solide est supposé, mais n'a pas été démontré.

De cette synthèse, il ressort qu'aucune microstructure ne présente à la fois les meilleures propriétés en traction, la meilleure résistance au fluage et la meilleure résistance à la propagation de fissure.

	Taille de grains		Couloirs entre $\gamma'$ secondaires		Température de revenu		
	<i>Grains fins</i>	<i>Gros grains</i>	<i>Étroits</i>	<i>Largees</i>	« Basse »	<i>Pic de dureté</i>	« Haute »
<b><math>\sigma_{0.2\%}</math> max.</b>	X		X			X	
<b><math>t_{\text{Rupture}}</math> max.</b>		X	X		X		
<b>da/dN min.</b>		X		X			
<b><math>\sigma_{900s}</math> min.</b>		X		X			X

**Tableau 7-1 : Synthèse des principales caractéristiques microstructurales en lien avec certaines propriétés mécaniques recherchées.**

À partir des différents résultats obtenus pour les huit microstructures sélectionnées de l'alliage N19, nous avons essayé de déterminer quelle séquence de traitements thermiques permet d'obtenir la microstructure qui présente le meilleur compromis entre les différentes propriétés mécaniques testées.

Nous avons choisi de représenter sur la Figure 7-14, la Figure 7-15, la Figure 7-16 et la Figure 7-17 les classements de ces huit microstructures vis-à-vis de la limite d'élasticité mesurée à 650°C et à 700°C, de la résistance à la traction à 700°C, du temps à rupture en fluage à 700°C sous 700 MPa, de la contrainte mesurée en fin de relaxation au cours de la première relaxation à 1.6 % de déformation lors des essais de fatigue-relaxation et de la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C mesurée à  $\Delta K = 40 \text{ MPa.m}^{1/2}$ . Les axes ont été normalisés pour pouvoir comparer les différentes propriétés mécaniques entre-elles.

Remarque : chaque valeur  $V_x$  a été normalisée de la façon suivante :

$$V_{normalisée} = \frac{V_x - V_{min}}{V_{max} - V_{min}}$$

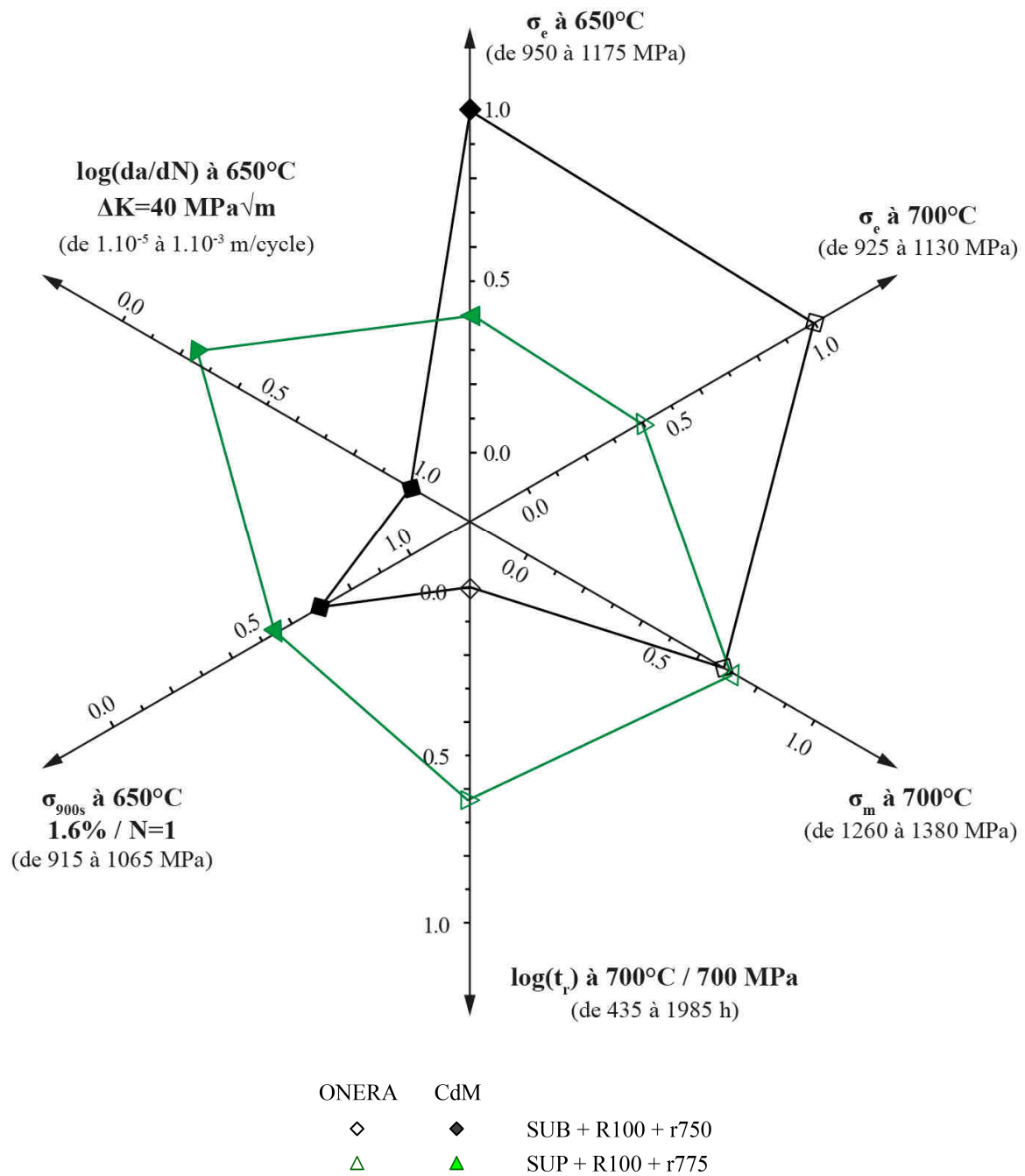
Dans le cas de la vitesse de propagation de fissure, c'est  $\log(V_x)$  qui a été normalisé :

$$V_{normalisée} = \frac{\log(V_x) - \log(V_{min})}{\log(V_{max}) - \log(V_{min})}$$

D'après ces graphiques, il semble que la microstructure issue d'un traitement de mise en solution supersolvus suivi d'un refroidissement dit « double-pente », entraînant la précipitation de deux générations de précipités  $\gamma'$  secondaires, et la microstructure issue du traitement avec une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à 50°C/min soient celles qui permettent d'obtenir un compromis entre les propriétés mécaniques en traction, en fluage, et en propagation de fissure.

Cependant, la température de revenu de la microstructure issue du traitement avec un refroidissement à 50°C/min n'a pas été optimisée pour avoir une dureté maximale. Il serait nécessaire de déterminer quel serait l'effet d'un revenu à une température conduisant à maximum de dureté après un refroidissement à 50°C/min sur ces propriétés mécaniques. De plus, la reproductibilité de ce traitement est à vérifier car nous avons vu des différences de précipitation des  $\gamma'$  secondaires entre le traitement réalisé sur l'échantillon métallographique et le traitement réalisé sur ébauche (cf. Chapitre 4 § 4.2.2.1).

Des investigations plus poussées seraient à réaliser également afin d'évaluer la tenue en fatigue, la stabilité microstructurale de ces microstructures au cours d'expositions de longues durées à haute température, et de vérifier l'impact de tels vieillissements sur le comportement mécanique, mais aussi de contrôler qu'un traitement thermique avec un refroidissement double-pente impliquant une maîtrise de la température de transition entre les deux vitesses de refroidissement est réalisable sur une pièce à l'échelle industrielle.



**Figure 7-14 : Comparaison des microstructures étudiées du N19 en fonction de leurs propriétés mécaniques. Effet de la mise en solution.**

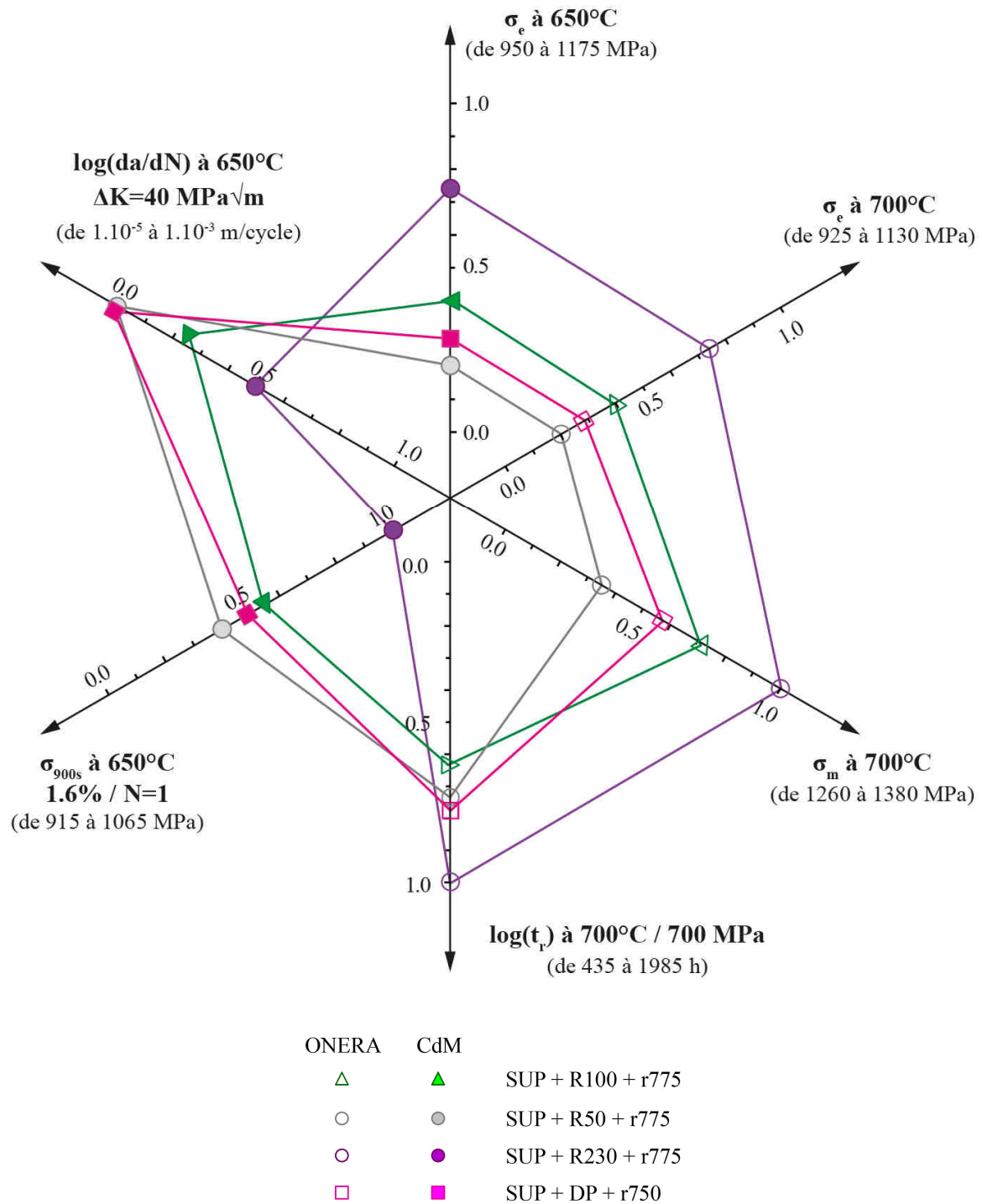
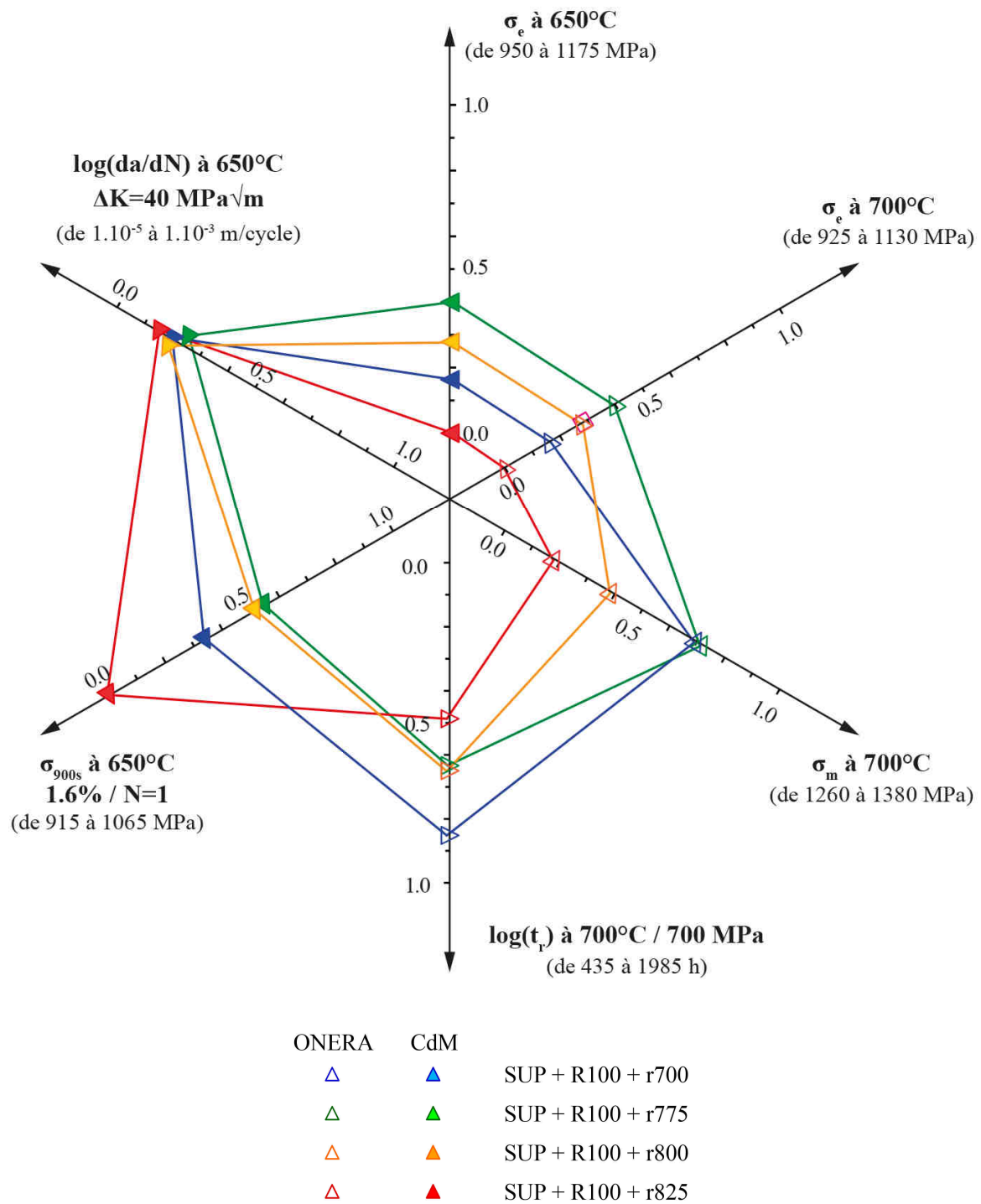
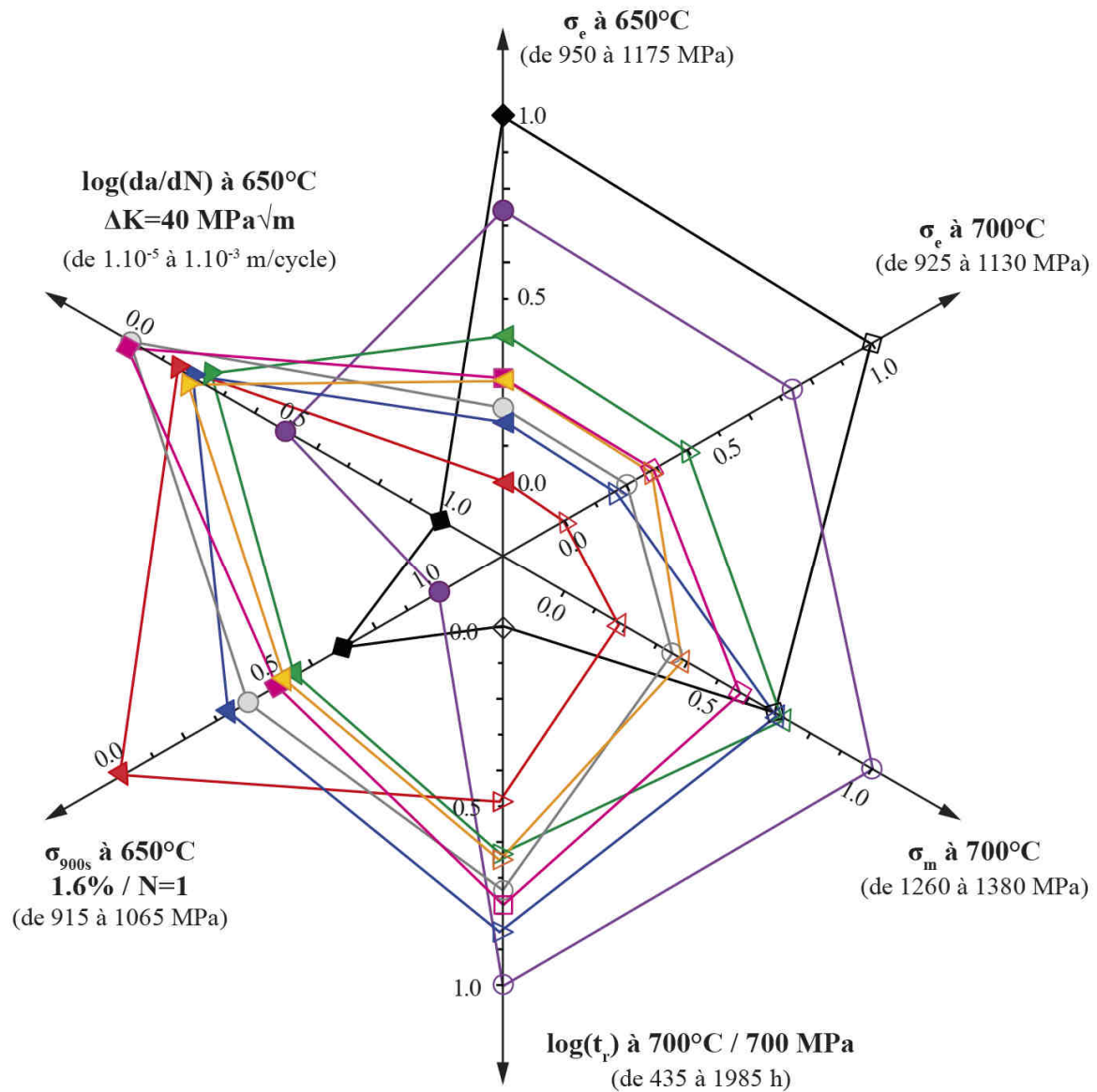


Figure 7-15 : Comparaison des microstructures étudiées du N19 en fonction de leurs propriétés mécaniques. Effet du refroidissement.





**Figure 7-16 : Comparaison des microstructures étudiées du N19 en fonction de leurs propriétés mécaniques. Effet du revenu.**



ONERA	CdM	
◇	◆	SUB + R100 + r750
△	▲	SUP + R100 + r700
△	▲	SUP + R100 + r775
△	▲	SUP + R100 + r800
△	▲	SUP + R100 + r825
○	●	SUP + R50 + r775
○	●	SUP + R230 + r775
□	■	SUP + DP + r750

Figure 7-17 : Comparaison des huit microstructures étudiées du N19 en fonction de leurs propriétés mécaniques. Synthèse.

## 7.3 Conclusion

Dans la première partie de ce chapitre, nous avons essayé d'interpréter les résultats des essais de propagation de fissure en fatigue-fluage, présentés dans le Chapitre 5, à l'aide des résultats des essais de fatigue-relaxation, présentés dans le Chapitre 6, en partant du principe que le comportement d'un élément de volume situé en pointe de fissure lors d'un essai de propagation de fissure en fatigue-fluage peut être simulé de manière approximative par le comportement d'une éprouvette sollicitée en fatigue-relaxation.

De ce fait, les microstructures présentant les vitesses de propagation de fissure les plus faibles devraient correspondre aux microstructures qui présentent les contraintes mesurées en fin de relaxation les plus faibles, car la contrainte en pointe de fissure serait plus basse. Nous avons effectivement constaté que, pour les microstructures issues des traitements de mise en solution supersolvus suivis de différentes conditions de refroidissement, plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus la contrainte atteinte en fin de relaxation est élevée, et plus la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage est élevée. Par contre, en ce qui concerne la température de revenu après une mise en solution supersolvus suivie d'un refroidissement à 100°C/min, nous avons observé une influence significative de la température de revenu sur les contraintes mesurées en fin de relaxation, alors que l'effet de la température de revenu sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue fluage est très limité.

Ces résultats nous ont amené à envisager l'effet de facteurs autres que la relaxation des contraintes sur la vitesse de propagation de fissure, par exemple un rôle de la microstructure intergranulaire. Toutefois, nous ne sommes pas en mesure de développer cette hypothèse sans procéder à des études complémentaires.

Dans la seconde partie de ce chapitre, nous avons réalisé une synthèse des résultats des essais mécaniques sous la forme d'un classement des huit microstructures, parmi les dix sélectionnées, pour chaque propriété mécanique étudiée (limites d'élasticité à 650°C et à 700°C, résistance à la traction à 700°C, temps à rupture en fluage à 700°C sous 700 MPa, contrainte mesurée en fin de relaxation au cours de la première relaxation à 1.6 % de déformation lors des essais de fatigue-relaxation et vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C mesurée à  $\Delta K = 40 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). Il ressort de cette analyse qu'il n'y a pas une microstructure optimale, qui satisferait à toutes ces propriétés mécaniques. Il est donc nécessaire de s'orienter vers une microstructure permettant d'obtenir un compromis entre ces différentes propriétés mécaniques. Parmi les huit microstructures étudiées, la microstructure issue du traitement double-pente et la microstructure issue du traitement avec un refroidissement à 50°C/min semblent être un bon compromis. Des recherches complémentaires permettraient de le confirmer.

---

## Conclusion générale

---

L'alliage N19 est un superalliage base nickel élaboré par métallurgie des poudres, qui a été développé récemment [AUGUSTINS-LECALLIER, 2008 ; GUÉDOU, 2008]. L'objectif de cette étude était de corrélérer les paramètres de traitements thermiques avec la microstructure, et les caractéristiques microstructurales avec les propriétés mécaniques de l'alliage N19. Cette étude est le résultat d'une collaboration entre le Centre des Matériaux de Mines ParisTech, SNECMA et l'ONERA.

### *Relations entre paramètres de traitements thermiques et microstructure*

La première partie de l'étude a consisté en la réalisation d'un nombre conséquent de traitements thermiques sur l'alliage N19 brut de forgeage. Ces traitements ont été réalisés dans le but d'étudier l'effet de la température de mise en solution, des conditions de refroidissement et de la température de revenu sur la microstructure de cet alliage. Les différentes microstructures issues de ces traitements thermiques ont été caractérisées en microscopie électronique à balayage et en transmission. Ces observations ont porté sur la taille de grains et sur la précipitation de la phase  $\gamma'$ .

Les résultats principaux de ces caractérisations sont présentés ci-dessous :

- la température de solvus de l'alliage N19, qui est un élément crucial pour la définition du traitement de mise en solution, est comprise entre 1145°C et 1150°C ;
- la taille de grains est d'environ 5  $\mu\text{m}$  après une mise en solution subsolvus, et d'environ 25  $\mu\text{m}$  après une mise en solution supersolvus. La taille de grains augmente rapidement lorsque la température de mise en solution est proche de la température de solvus ;
- la taille, la morphologie et la répartition (distance interparticule) des précipités  $\gamma'$  secondaires sont très sensibles aux conditions de refroidissement : plus la vitesse de refroidissement est élevée, et plus ces précipités sont petits et proches les uns des autres. Ces précipités sont de forme sphérique lorsque la vitesse de refroidissement est rapide, de forme cubique pour des vitesses de refroidissement intermédiaires et en forme d'octocube pour les refroidissements les plus lents ;
- en plus des refroidissements à vitesse constante, des refroidissements double-pente comportant un premier refroidissement à vitesse faible et un second refroidissement à vitesse plus élevée ont été étudiés. Ce type de refroidissement double-pente entraîne une précipitation multi-modale composée de gros précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération, qui se sont formés au cours du refroidissement à faible vitesse, des petits précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération et des précipités  $\gamma'$  tertiaires qui se sont probablement formés au cours du refroidissement à vitesse plus élevée. La répartition et la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires de première et de seconde générations peuvent être modulées en modifiant les vitesses de refroidissement et la température de transition entre les deux vitesses de refroidissement ;
- dans l'objectif d'obtenir une précipitation multi-modale particulière, des traitements thermiques avec des refroidissements comportant une remontée en température suivie

d'un palier de courte durée avant un refroidissement à 100°C/min ont été étudiés. L'introduction d'un palier permet de moduler la précipitation des  $\gamma'$  secondaires de première génération et la précipitation des  $\gamma'$  secondaires de seconde génération. Plus la température de palier est élevée, plus le diamètre des précipités  $\gamma'$  secondaires de seconde génération est grand.

- la taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires dépend des conditions de revenu : ils croissent au cours du traitement de revenu, et leur diamètre augmente avec la température et la durée du revenu. Cependant, nous avons également constaté que ces précipités  $\gamma'$  tertiaires n'étaient pas présents de manière homogène dans les couloirs entre les précipités  $\gamma'$  secondaires après un refroidissement à 100°C/min, et qu'ils étaient localisés dans des zones dépourvues de  $\gamma'$  secondaires ou dans les couloirs les plus larges.

#### *Relations entre paramètres de traitements thermiques, microstructure et propriétés mécaniques*

À l'issue de cette première partie de l'étude, dix traitements thermiques ont été sélectionnés afin de caractériser les propriétés mécaniques des microstructures issues de ces traitements. Ces traitements thermiques ont été choisis de manière à analyser les propriétés mécaniques :

- d'une microstructure subsolvus à grains fins ;
- de microstructures supersolvus à gros grains avec des répartitions différentes des précipités  $\gamma'$  secondaires (taille et distance entre précipités) ;
- de microstructures supersolvus avec des précipités  $\gamma'$  secondaires de première et de seconde génération, et des précipités  $\gamma'$  tertiaires (refroidissement double-pente et refroidissements avec palier) ;
- de microstructures supersolvus issues de revenus effectués à des températures différentes après un refroidissement à 100°C/min.

Nous nous sommes intéressés à l'effet des paramètres de traitements thermiques sur la vitesse de propagation de fissure car il s'agit d'un critère essentiel utilisé dans les méthodes de dimensionnement des disques. Nous avons montré que :

- la vitesse de propagation de fissure est plus élevée dans la microstructure subsolvus à grains fins que dans les microstructures supersolvus à gros grains ;
- dans le cas des microstructures supersolvus, la vitesse de propagation de fissure est plus faible lorsque la vitesse de refroidissement est plus faible. Il semble que la vitesse de propagation de fissure soit plus faible lorsque la distance entre les précipités  $\gamma'$  secondaires est plus grande ;
- dans le cas des microstructures supersolvus issues des refroidissements à 100°C/min et de revenus effectués à différentes températures, la température de revenu n'a que peu d'effet sur la vitesse de propagation de fissure.

Afin de mieux comprendre les résultats des essais de propagation de fissure en fatigue-fluage, nous avons réalisés des essais de fatigue-relaxation, qui permettent de simuler le comportement d'un élément de volume situé en pointe de fissure au cours de l'essai de propagation de fissure. Ceci nous a amené à chercher une corrélation entre les contraintes mesurées en fin de relaxation au cours des cycles effectués lors des essais de fatigue-relaxation avec la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage. Si nous avons

effectivement constaté que, pour les microstructures issues des traitements de mise en solution supersolvus suivis de différentes conditions de refroidissement, plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus la contrainte atteinte en fin de relaxation est élevée, et plus la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage est élevée, il n'en est pas de même concernant les microstructures issues des traitements de mise en solution supersolvus suivis de refroidissement à 100°C/min, et de différentes conditions de revenu. Ces résultats suggèrent l'effet de facteurs autres que la relaxation de contraintes intragranulaires sur la vitesse de propagation de fissure, comme par exemple un rôle de la microstructure intergranulaire, sans toutefois pouvoir apporter davantage de précision.

Enfin, une synthèse des différentes propriétés mécaniques étudiées au cours de cette étude a été réalisée. Cette synthèse inclut la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage, la contrainte atteinte en fin de relaxation des essais de comportement en fatigue-relaxation, ainsi que les propriétés en traction et les temps à rupture en fluage provenant des essais réalisés par l'ONERA. Bien qu'il n'y ait pas de microstructure optimale qui satisfasse à toutes ces propriétés mécaniques, deux microstructures permettent d'obtenir un compromis entre ces différentes propriétés mécaniques : la microstructure issue du traitement double-pente et la microstructure issue du traitement avec un refroidissement à 50°C/min. Des études complémentaires sur ces microstructures seraient à réaliser.

Pour conclure, cette étude a permis de mieux comprendre l'influence de chacun des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure, en vue de l'élaboration de gammes de traitements thermiques permettant d'obtenir des microstructures optimisées en regard d'un certain nombre de propriétés mécaniques. Par ailleurs, cette étude a permis de constituer une base de données expérimentales considérable, qui pourra servir au développement de modèles de comportement tenant compte des paramètres microstructuraux.



---

## Références bibliographiques

---



ASHBY M.F., JONES D.R.H. *Matériaux 1. Propriétés, applications et conception*. 3<sup>ème</sup> édition, traduit de l'anglais par Bréchet Y., Courbon J. et Dupreux M. Paris : Dunod, 2008, 388 p. ISBN 978-2-10-050901-0. [a].

ASHBY M.F., JONES D.R.H. *Matériaux 2. Microstructures, mise en œuvre et conception*. 3<sup>ème</sup> édition, traduit de l'anglais par Bréchet Y., Courbon J. et Dupreux M. Paris : Dunod, 2008, 464 p. ISBN 978-2-10-051768-8. [b].

ASTM standard E112. *Standard test methods for determining average grain size*. 1988.

AUGUSTINS-LECALLIER I., CARON P., GUÉDOU J.Y., LOCQ D., NAZÉ L. *Alliage à base de nickel*. Brevet FR 2 899 240, 27/06/2008. European Patent EP 1 840 232 B1, 13/05/2009. US Patent US 2007/0227630 A1, 04/10/2007.

AUGUSTINS-LECALLIER I. *Conception de nouveaux superalliages MdP base nickel pour disques de turbines*. Thèse Sciences et Génie des Matériaux. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011, 278 p.

BAIN K.R., MOURER D.P., DIDOMIZIO R., HANLON T., CRETEGNY L., WESSMAN A.E. *Nickel-base superalloys and components formed thereof*. European Patent EP 2 256 222 A1, 2010.

BAUDIN T. Analyse EBSD : Principe et cartographies d'orientation. In : *Techniques de l'ingénieur, Traité Matériaux Métalliques*, M 4 138. 2010.

BERNÈDE P., RÉMY L. Fatigue crack growth of small defects in a superalloy at high temperature in air and in vacuum. In : MILLER K.J., DE LOS RIOS E.R (eds). *Short fatigue cracks*. Mechanical engineering publications, ESIS 13 London : 1992, p. 251-262.

BHOWAL P.R., WRIGHT E.F., RAYMOND E.L. Effects of cooling rate and  $\gamma'$  morphology on creep and stress-rupture properties of a powder metallurgy superalloy. *Metallurgical Transactions A*, vol. 21A, 1990, p. 1709-1717.

BONNEVILLE J., ESCAIG B. Cross-slipping process and the stress-orientation dependence in pure copper. *Acta Metallurgica*, vol. 27, 1979, p. 1477-1486.

BROEK D. *Elementary engineering fracture mechanics*. Fourth revised edition. Dordrecht : Kluwer Academic publishers, 1986, 516 p. ISBN 90-247-2656-5 PB.

CHANG K.M., HENRY M.F., BENZ M.G. Metallurgical control of fatigue crack propagation in superalloys. *JOM*, Vol. 42, n°12, 1990, p. 29-35.

CHANG M., KOUL A.K., COOPER C. Damage tolerance of P/M turbine disc materials. In : KISSINGER R.D. et al. (eds.). *Superalloys 1996*. The Minerals, Metals & Materials Society. 1996, p. 677-685.

CHASSAIGNE J. C. *Fissuration à hautes températures du superalliage base nickel N18 élaboré par métallurgie des poudres. Étude du couplage mécanique-environnement en pointe de fissure*. Thèse Sciences et Génie des Matériaux. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1997, 148 p.

CLAD T. *Microstructures and fatigue crack growth in the inertia friction weld of N18*. PhD Materials science and mechanical engineering. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1996, 275 p.

DONACHIE M.J., KRIEGE O.H. Phase extraction and analysis in superalloys – Summary of investigations by ASTM committee E-4 task group 1. *Journal of Materials, JMLSA*, vol.7, n°3, 1972, p. 269-278.

- DUBIEZ-LE GOFF S. *Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud*. Thèse Sciences et Génie des Matériaux. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003, 236 p.
- DUCROCQ C., LESTRAT D., PAINTENDRE B., DAVIDSON J.H., MARTY M., WALDER A. *Superalliage à matrice de nickel notamment élaboré en métallurgie des poudres et disque de turbomachine constitué en cet alliage*. Brevet FR 2593830 (A1), 1987.
- DUCROCQ C., LASALMONIE A., HONNORAT Y. N18, a new damage tolerant PM superalloy for high temperature turbine discs. In : REICHMAN S. *et al.* (eds). *Superalloys 1988*. The Metallurgical Society. 1988, p. 63-72.
- DURAND-CHARRE M. *The microstructure of superalloys*. Gordon and Breach Science Publishers, 1997, 124 p. ISBN 90-5699-097-7.
- FLAGEOLET B., VILLECHAISE P., JOUIAD M., MENDEZ J. Ageing characterization of the powder metallurgy superalloy N18. In : GREEN K.A. *et al.* (eds). *Superalloys 2004*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2004, p.371-379.
- FURRER D., FECHT H. Ni-based superalloys for turbine discs. *JOM*, Vol. 51, n°1, 1999, p. 14-17.
- GABB T.P., GAYDA J., TELESMAJ J., KANTZOS P.T., KONKEL W.A. *Realistic subscale evaluations of the mechanical properties of advanced disk superalloys*. NASA/TM-2003-212086, 2003.
- GABB T.P., GARG A., ELLIS D.L., O'CONNOR K.M. *Detailed microstructural characterization of the disk alloy ME3*. NASA/TM-2004-213066, 2004.
- GABB T.P., GAYDA J., TELESMAJ J., GARG A. The effects of heat treatment and microstructure variations on disk superalloy properties at high temperature. In : REED R.C. *et al.* (eds). *Superalloys 2008*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2008, p. 121-130.
- GABB T.P., KANTZOS P.T., TELESMAJ J., GAYDA J., SUDBRACK C.K., PALSA B. Fatigue resistance of the grain transition zone in dual microstructure superalloy disk. *International Journal of Fatigue*, vol. 33, 2011, p.414-426.
- GAROSSEN T.J., TILLMAN T.D., MCCARTHY G.P. Effects of B, C and Zr on the structure and properties of a P/M nickel base superalloy. *Metallurgical Transactions A*, vol. 18, n° 1, 1987, p. 69-77.
- GAYDA J., GABB T.P., KANTZOS P. The effect of dual microstructure heat treatment on an advanced nickel-base disk alloy. In : GREEN K.A. *et al.* (eds). *Superalloys 2004*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2004, p.323-329.
- GAYRAUD N., MORET F., DESVALLEY Y. Étude expérimentale et simulation numérique de la cinétique de précipitation  $\gamma'$  et de l'évolution microstructurale dans le superalliage N18 au cours de la trempe. *Journal de Physique IV*, Colloque C3, Supplément au Journal de Physique III, vol. 5, 1995, p. 225-235.
- GESSINGER G.H. *Powder metallurgy of superalloys*. Butterworths & Co publishers, 1984, 348 p. ISBN 0-408-11033-3.
- GLEITER H., HORNBOGEN E. Theorie der Wechselwirkung von Versetzungen mit kohärenten geordneten Zonen (I). *Physica Status Solidi*, vol. 12, 1965, p.235-250.
- GLEITER H., HORNBOGEN E. Beobachtung der Wechselwirkung von Versetzungen mit kohärenten geordneten Zonen (II). *Physica Status Solidi*, vol. 12, 1965, p.251-264.

- GROSDIDIER T., HAZOTTE A., SIMON A. Precipitation and dissolution process in  $\gamma/\gamma'$  single crystal nickel-based superalloys. *Materials Science and Engineering A*, vol. 256, 1998, p. 183-196.
- GUÉDOU J.Y., LAUTRIDOU J.C., HONNORAT Y. N18, PM superalloy for disks : development and applications. In : ANTOLOVICH S.D. *et al.* (eds). *Superalloys 1992*. The Minerals, Metals & Materials Society. 1992, p. 267-276.
- GUÉDOU J.Y., AUGUSTINS-LECALLIER I., NAZÉ L., CARON P., LOCQ D. Development of a new fatigue and creep resistant PM nickel-base superalloy for disk applications. In : REED R.C. *et al.* (eds). *Superalloys 2008*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2008, p. 21-30.
- GUÉDOU J.Y. Les superalliages base Ni, matériaux indispensables dans les turbomachines aéronautiques. Séminaire *Superalliages à base nickel : microstructures et propriétés mécaniques*, Centre des Matériaux de l'École des Mines de Paris, 23 novembre 2012.
- HARDY M.C., ZIRBEL B., SHEN G., SHANKAR R. Developing damage tolerance and creep resistance in a high strength nickel alloy for disc applications. In : GREEN K.A. *et al.* (eds). *Superalloys 2004*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2004, p. 83-90.
- HESEL S.J., VOICE W., JAMES A.W., BLACKHAM S.A., SMALL C.J., WINSTONE M.R. *Nickel alloy for turbine engine components*. Brevet US 6 132 527, 2000.
- HIDE N.J., HENDERSON M.B., REED P.A.S. Effects of grain and precipitation size variation on creep-fatigue behaviour of Udimet720Li in both air and vacuum. In : POLLOCK T.M. *et al.* (eds). *Superalloys 2000*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2000, p. 495-503.
- HOCHSTETTER G. *Propagation des fissures à haute température dans le superalliage N18 pour disques de turbomachines. Interaction entre la nature des sollicitations mécaniques et des effets d'oxydation*. Thèse Sciences et Génie des Matériaux. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1994, 2 volumes.
- HONNORAT Y., GIRAULT D. Les matériaux des moteurs aéronautiques, évolution et diversification. *Matériaux et Techniques* hors série, 1988, février, p. 85-91.
- HONNORAT Y. Recent breakthroughs in nickel base superalloys. *Journal de Physique IV*, colloque C7, supplément au *Journal de Physique III*, vol.3, 1993, p. 297-323.
- HULL D., BACON D.J. *Introduction to dislocations*. 3rd edition, International series on Materials science and technology, vol. 37. Pergamon press, 1984, 257 p.
- HUNT D.W., SKELTON D.K., KNOWLES D.M. Microstructural stability and crack growth behaviour of a polycrystalline nickel-base superalloy. In : POLLOCK T.M. *et al.* (eds). *Superalloys 2000*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2000, p. 795-802.
- HURON E.S., BAIN K.R., MOURER D.P., SCHIRRA J.J., REYNOLDS P.L., MONTERO E.E. The influence of grain boundary elements on properties and microstructures of P/M nickel base superalloys. In : GREEN K.A. *et al.* (eds). *Superalloys 2004*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2004, p. 73-81.
- JACKSON M.P., REED R.C. Heat treatment of Udimet 720 Li: the effect of microstructure on properties. *Materials Science and Engineering A*, vol. 259, 1999, p. 85-97.
- JAIN S.K., EWING B.A., YIN C.A. The development of improved performance PM Udimet 720 turbine disks. In : POLLOCK T.M. *et al.* (eds). *Superalloys 2000*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2000, p.785-794.

- KEEFE P.W., MANCUSO S.O., MAURER G.E. Effects of heat treatment and chemistry on the long term phase stability of a high strength nickel-based superalloy. In : ANTOLOVICH S.D. *et al.* (eds). *Superalloys 1992*. The Minerals, Metals & Materials Society. 1992, p. 487-496.
- KISSINGER R.D. Cooling path dependent behavior of supersolvus heat treated nickel base superalloy. In : KISSINGER R.D. *et al.* (eds.). *Superalloys 1996*. The Minerals, Metals & Materials Society. 1996, p. 687-695.
- KRUEGER D.D., KISSINGER R.D., MENZIES R.G., WUKUSICK C.S. *Fatigue crack growth rate resistant nickel-base article and alloy and method for making*. US Patent 4,957,567. 1990.
- KRUEGER D.D., KISSINGER R.D., MENZIES R.G. Development and introduction of a damage tolerant high temperature nickel-base disk alloy, René88DT. In : ANTOLOVICH S.D. *et al.* (eds). *Superalloys 1992*. The Minerals, Metals & Materials Society. 1992, p. 467-476.
- LIFSHITZ I.M., SLYOZOV V.V. The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol.19, n°1-2, 1961, p.35-50.
- LOCQ D., MARTY M., CARON P. Optimisation of the mechanical properties of a new PM superalloy for disk applications. In : POLLOCK T.M. *et al.* (eds.). *Superalloys 2000*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2000, p. 395-403.
- LOCQ D., CARON P., RAUJOL S., PETTINARI-STURMEL F., COUJOU A., CLEMENT N. On the role of tertiary  $\gamma'$  precipitates in the creep behaviour at 700°C of a PM disk superalloy. In : GREEN K.A. *et al.* (eds). *Superalloys 2004*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2004, p. 179-187.
- LOCQ D., CARON P. On some advanced nickel-based superalloys for disk applications. *The Onera Journal AerospaceLab*, vol.3, 2011, p.1-9.
- LOYER-DANFLOU H., MACIA M., SANDERS T.H., KHAN T. Mechanisms of formation of serrated grain boundaries in nickel base superalloys. In : KISSINGER R.D. *et al.* (eds.). *Superalloys 1996*. The Minerals, Metals & Materials Society. 1996, p. 119-127.
- MAO J., CHANG K.M., YANG W., RAY K., VAZE S.P., FURRER D.U. Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy U720LI. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32A, 2001, p. 2441-2452.
- MAO J., CHANG K.M., YANG W., FURRER D., RAY K., VAZE S.P. Cooling precipitation and strengtheninh study in powder metallurgy superalloy Rene88DT. *Materials Science and Engineering A*, vol. 332, 2002, p. 318-329.
- MARCHAL N. *Propagation de fissure en fatigue-fluage à haute température de superalliages monocristallins à base de nickel*. Thèse : Sciences et Génie des Matériaux. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006, 268 p.
- MARTIN J.W. *Micromechanisms in particle-hardened alloys*. Cambridge University Press, 1980, p. 201. ISBN 0-521-22623-6.
- MCCLINTOK F.A. On the Plasticity of the Growth of Fatigue Cracks. In : DRUCKER D. C., GILMAN J. J. (eds). *Fracture of Solids*. Interscience, New-York. 1963, p. 65-102.
- MITCHELL R.J., HARDY M.C., PREUSS M., TIN S. Development of  $\gamma'$  morphology in P/M rotor disc alloys during heat treatment. In : GREEN K.A. *et al.* (eds). *Superalloys 2004*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2004, p. 361-370.

- MITCHELL R.J., PREUSS M., TIN S., HARDY M.C. The influence of cooling rate from temperatures above the  $\gamma'$  solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel-base superalloys. *Materials Science and Engineering A*, vol. 473, 2008, p. 158-165. [a].
- MITCHELL R.J., LEMSKY J.A., RAMANATHAN R., LI H.Y., PERKINS K.M., CONNOR L.D. Process development & microstructure & mechanical property evaluation of a dual microstructure heat-treated advanced nickel disc alloy. In : REED R.C. *et al.* (eds). *Superalloys 2008*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2008, p. 347-356. [b].
- MONS C. Traitements thermiques des superalliages. In : *Techniques de l'ingénieur, Traité Matériaux Métalliques*, M 1 165. 1996.
- MORINAGA M., YUKAWA N., ADACHI H., EZAKI H. New Phacomp and its applications to alloy design. In : GELL M. *et al.* (eds). *Superalloys 1984*. The Minerals, Metals & Materials Society. 1984, p. 523-532.
- MOURER D.P., WILLIAMS J.L. Dual heat treat process development for advanced disk applications. In : GREEN K.A. *et al.* (eds). *Superalloys 2004*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2004, p. 401-407.
- NF A03-404. *Pratique des essais de vitesse de propagation de fissure en fatigue*. Juin 1991.
- ONERA. Rapport de synthèse final du poste 2 du PEA DARTAGNAN. DMSM, ONERA, décembre 2012.
- OROWAN E. Discussion III. In : *Proceedings of the Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys*. London : Institute of Metals. 1948, p 451.
- PAINTENDRE B. *Influence de la composition sur la constitution et les propriétés mécaniques de superalliages base nickel produits par la métallurgie des poudres*. Thèse. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, Novembre 1986.
- PARIS P.C., GOMEZ M.P., ANDERSON W.P. A rational analytic theory of fatigue. *The trend in engineering*, n°13, 1961, p. 528-534.
- PÉDRON J.P., PINEAU A. The effect of microstructure and environment on the crack growth behaviour of Inconel 718 alloy at 650°C under fatigue, creep and combined loading. *Materials Science and Engineering*, vol. 56, 1982, p. 143-156.
- PHILIBERT J., VIGNES A., BRÉCHET Y., COMBRADE P. *Métallurgie du minerai au matériau*. Paris : Masson, 1998, 1107 p. ISBN 2-225-82978-0.
- POLLOCK T.M., TIN S. Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: chemistry, microstructure, and properties. *Journal of Propulsion and Power*, vol. 22, n° 2, 2006, p. 361-374.
- POUCHOU J.-L. *Analyse EBSD – Principes et applications*. Publication du GN-MEBA. EDP Sciences, 2004, 214 p. ISBN 978-2-8688-3730-1.
- RAPOSO J. Rapport de stage. Formation en alternance. Licence Génie des Systèmes Industriels. IUP d'Évry. CFA. 2007-2008.
- RAUJOL S. *Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disque de turbine*. Thèse. Toulouse : Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 2004, 160 p.
- REPPICH B. Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating Ni-base alloys – I. Theoretical concept. *Acta Metallurgica*, vol. 30, 1982, p.87-94.

- REPPICH B, SCHEPP P., WEHNER G. Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating Ni-base alloys – II. Experiments. *Acta Metallurgica*, vol. 30, 1982, p.95-104.
- RÉMY L., ALAM A., HADDAR N, KÖSTER A., MARCHAL N. Growth of small cracks and prediction of lifetime in high-temperature alloys. *Materials Science and Engineering A*, vol. 468-470, 2007, p. 40-50.
- RICKS R.A., PORTER A.J., ECOB R.C. The growth of  $\gamma'$  precipitates in nickel-base superalloys. *Acta Metallurgica*, vol. 31, 1983, p.43-53.
- RICE D. KANTZOS P., HANN B., NEUMANN J., HELMINK R. P/M alloy 10 – A 700°C capable nickel-based superalloy for turbine disk applications. In : REED R.C. *et al.* (eds). *Superalloys 2008*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2008, p. 139-147.
- SAINT-ANTONIN F. Essais de relaxation isotherme. In : *Techniques de l'ingénieur, Traité Matériaux Métalliques*, M 141. 1997.
- SANSOZ F. *Propagation des petites fissures de fatigue dans les zones de concentration de contraintes dans le superalliage N18*. Thèse Sciences et Génie des Matériaux. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000, 290 p.
- SAROSI P.M., WANG B., SIMMONS J.P., WANG Y., MILLS M.J. Formation of multimodal size distributions of  $\gamma'$  in a nickel-base superalloy during interrupted continuous cooling. *Scripta Materialia*, n° 57, 2007, p. 767-770.
- SAUNDERS N., GUO Z., LI X., MIODOWNIK A.P., SCHILLÉ J-PH. Modelling the material properties and behaviour of Ni-based superalloys. In : GREEN K.A. *et al.* (eds). *Superalloys 2004*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2004, p. 849-858.
- SCHIRRA J.J., REYNOLDS P.L., HURON E.S., BAIN K.R., MOURER D.P. Effect of microstructure (and heat treatment) on the 649°C properties of advanced P/M superalloy disk materials. In : GREEN K.A. *et al.* (eds). *Superalloys 2004*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2004, p. 341-350.
- SIMS C.T. A history of superalloy metallurgy for superalloy metallurgists. In : GELL M. *et al.* (eds). *Superalloys 1984*. The Minerals, Metals & Materials Society. 1984, p. 399-419.
- SIMS C.T., STOLOFF N.S., HAGEL W.C. *Superalloys II : High-temperature materials for aerospace and industrial power*. New York : Wiley, 1987, 615 p. ISBN 0-471-01147-9.
- SINH A.R.P, NAG S., HUANG J.Y., VISWANATHAN G.B., TILEY J., SRINIVASAN R., FRASER H.L., BANERJEE R. Influence of cooling rate on the development of multiple generations of  $\gamma'$  precipitates in a commercial nickel base superalloy. *Materials Characterization*, vol.62, 2011, p.878-886.
- SONIAK F. *Fissuration en fatigue d'un superalliage de la métallurgie des poudres, l'Astroloy : influence de la longueur de fissure et de la température*. Thèse Science et Génie des Matériaux. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1989.
- SOUAI N. *Contrôle du maclage thermique et de la taille de grains par traitements thermomécaniques dans un superalliage base Ni*. Thèse Sciences et Génie des Matériaux. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011, 198 p.
- TAKAHASHI S., NISHIKIORI S., HOSOYA M., ARAI M., TAKEKAWA M., TAHARA K. Development of turbine disk materials for aircraft engines. *Proceedings of the International Gas Turbine Congress 2003 Tokyo*, Novembre 2-7, 2003.

- TELESMAN J., KANTZOS P., GAYDA J., BONACUSE P., PRESCENZI A. Microstructural variables controlling time-dependent crack growth in a P/M superalloy. In : GREEN K.A. *et al.* (eds). *Superalloys 2004*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2004, p. 215-224.
- TELESMAN J., GABB T.P., GARG A., BONACUSE P., GAYDA J. Effect of microstructure on the time dependent fatigue crack growth behavior in a P/M turbine disk alloy. In : REED R.C. *et al.* (eds). *Superalloys 2008*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2008, p. 807-816.
- TERZI S. *Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres et optimisé pour la tenue en fluage*. Thèse Sciences et Génie des Matériaux. Toulouse : Institut National Polytechnique de Toulouse, 2006, 154 p.
- TÉZENAS DU MONTCEL H. *Ingénierie des joints de grains dans les superalliages à base de nickel*. Thèse Sciences et Génie des Matériaux. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012, 193 p.
- TILEY J., VISWANATHAN G.B., SRINIVASAN R., BANERJEE R., DIMIDUK D.M., FRASER H.L. Coarsening kinetics of  $\gamma'$  precipitates in the commercial nickel base superalloy René 88 DT. *Acta Materialia*, vol. 57, 2009, p. 2538-2549.
- VILLARS P., CALVERT L.D. *Pearson's handbook of crystallographic data for intermetallic phases*. American Society for Metals, vol. 3, 1985.
- VOR K. *Vérification de la fonction de calibration  $Y(a/W)$* . Rapport interne Centre des Matériaux, 2010.
- WALLIS R.A., BHOWAL P.R. Property optimization in superalloys through the use of heat treatment modeling. In : REICHMAN S. *et al.* (eds). *Superalloys 1988*. The Metallurgical Society. 1988, p. 525-534.
- WAGNER C. Theorie der Alterung von Niederschlägen durch Umlösen (Ostwald-Reifung). *Zeitschrift für Elektrochemie*, vol. 65, n°7-8, 1961, p. 581-591.
- WLODEK S.T., KELLY M., ALDEN D. The structure of N18. In : ANTOLOVICH S.D. *et al.* (eds). *Superalloys 1992*. The Minerals, Metals & Materials Society. 1992, p. 467-476.
- WLODEK S.T., KELLY M., ALDEN D.A. The structure of René88DT. In : KISSINGER R.D. *et al.* (eds). *Superalloys 1996*. The Minerals, Metals & Materials Society. 1996, p. 129-136.
- WRIGHT S.I. A parametric study of electron backscatter diffraction based grain size measurements. *Praktische Metallographie*, vol. 47, 2010, p. 16-33.

---

# Annexes

---

## Sommaire

---

<b>Annexe A - Prélèvement des échantillons et des ébauches .....</b>	<b>214</b>
A1. Échantillons métallographiques.....	214
A2. Ébauches pour éprouvettes .....	215
<b>Annexe B - Traitements thermiques .....</b>	<b>216</b>
B1. Mises en solution .....	216
B2. Refroidissements.....	217
<i>B2.1. Refroidissements linéaires .....</i>	<i>217</i>
<i>B2.2. Refroidissements « double-pente ».....</i>	<i>218</i>
<i>B2.3. Refroidissements « à palier ».....</i>	<i>218</i>
B3. Revenus.....	219
<b>Annexe C - Observations en MET .....</b>	<b>220</b>
<b>Annexe D - Étude du vieillissement .....</b>	<b>221</b>
D1. Effet du vieillissement sur la microstructure de l'alliage N19 .....	221
D2. Effet du vieillissement sur la propagation de fissure en fatigue-fluage de l'alliage N19 .....	225
<b>Annexe E - Essais de fatigue-relaxation.....</b>	<b>226</b>
E1. Évolution de la contrainte en fonction de la déformation imposée.....	226
E2. Contrainte relaxée .....	231
E3. Volume d'activation .....	234
E4. Faciès de rupture.....	237

---



## Annexe A - Prélèvement des échantillons et des ébauches

### A1. Échantillons métallographiques

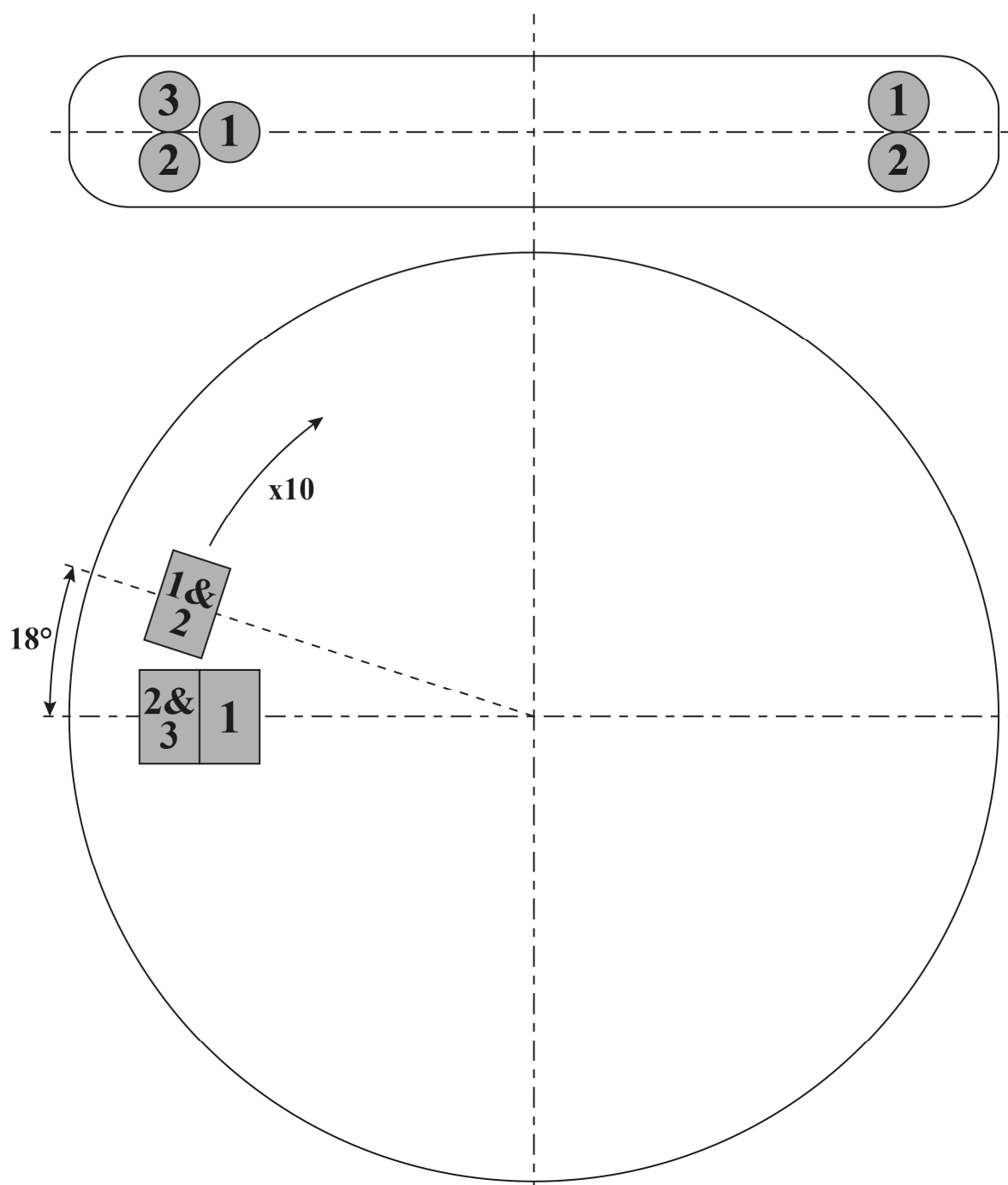


Figure 18 : Schéma de prélèvement des échantillons métallographiques de 12 mm de diamètre et de 20 mm de haut dans les galets de N19 bruts de forgeage (*Galets N19-C8178-B / 20M, et N19-C8178-A / 22M*).

## A2. Ébauches pour éprouvettes

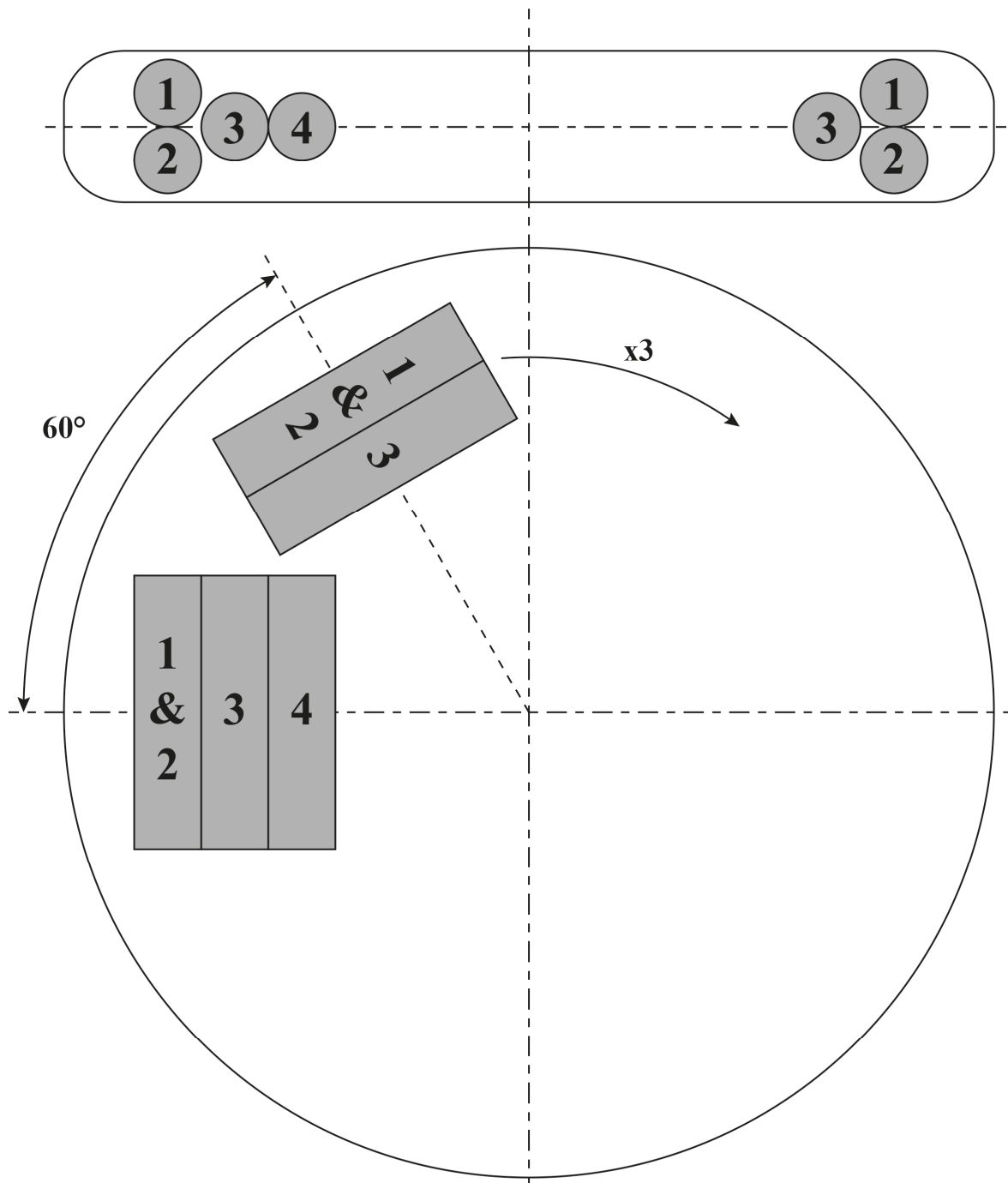


Figure 19 : Schéma de prélèvement des ébauches de diamètre 13 mm et de longueur 65 ou 70 mm dans les galets de N19 bruts de forgeage (Galets C8536-A, C8536-B, C8536-C, C8536-D, C8537-A, C8537-B, C8537-C, C8537-D).

## Annexe B - Traitements thermiques

### B1. Mises en solution

Référence de l'échantillon	Traitement thermique	Fraction surfacique de $\gamma'$ primaires (%)	Taille de grains Diamètre équivalent moyen ( $\mu\text{m}$ )
20M14-2	1110°C / 4 h + refroidissement air	14.6	5
20M19-1	1120°C / 4 h + refroidissement air	12.0	6
20M15-1	1130°C / 4 h + refroidissement air	7.4	10
20M15-3	1140°C / 4 h + refroidissement air	2.4	20
20M11-3	1145°C / 2 h + refroidissement air	1.5	22
20M11-1	1145°C / 4 h + refroidissement air	1.1	22
20M13-1	1150°C / 2 h + refroidissement air	-	23
20M13-3	1150°C / 4 h + refroidissement air	-	24
20M16-1	1160°C / 2 h + refroidissement air	-	25
20M16-2	1160°C / 4 h + refroidissement air	-	25
20M18-1	1170°C / 2 h + refroidissement air	-	25
20M18-2	1170°C / 4 h + refroidissement air	-	26
20M20-1	1180°C / 2 h + refroidissement air	-	22
20M17-3	1180°C / 4 h + refroidissement air	-	24
20M01-1	1200°C / 2 h + refroidissement air	-	26
20M05-2	1120°C / 4 h + ref. 100°C/min + 1180°C / 2 h + ref. 100°C/min	-	25
22M12-2	1140°C / 16 h + ref. 100°C/min + 1180°C / 2 h + ref. 100°C/min	-	24

## B2. Refroidissements

### B2.1. Refroidissements linéaires

Référence de l'échantillon	Traitement thermique	Taille des $\gamma'$ secondaires (nm)	Morphologie
22M15-3	1180°C / 2 h + ref. 10°C/min	490 – 950	Octocubes
20M09-3	1180°C / 2 h + ref. 25°C/min	320 – 500	Octocubes
22M15-2	1180°C / 2 h + ref. 50°C/min	310 – 500	Cubes avec début de croissance aux coins
20M09-2	1180°C / 2 h + ref. 100°C/min	175 – 300	Cubes avec début de croissance aux coins
22M07-1	1180°C / 2 h + ref. 200°C/min	125 – 200	Cubes
20M09-1	1180°C / 2 h + ref. 400°C/min	100 – 165	Sphères et cubes
22M17-2	1120°C / 4 h + ref. 10°C/min	320 - 710	Octocubes
20M01-3	1120°C / 4 h + ref. 25°C/min	190 – 510	Cubes avec début de croissance aux coins
22M17-3	1120°C / 4 h + ref. 50°C/min	160 – 260	Cubes
20M01-2	1120°C / 4 h + ref. 100°C/min	110 – 190	Cubes
22M13-1	1120°C / 4 h + ref. 200°C/min	80 – 110	Cubes
20M17-1	1120°C / 4 h + ref. 400°C/min	65 – 100	Sphères

**B2.2. Refroidissements « double-pente »**

Référence de l'échantillon	Traitement thermique	Taille des $\gamma'$ secondaires de 1 <sup>ère</sup> génération (nm)	Diamètre maximal des $\gamma'$ secondaires de 2 <sup>nde</sup> génération (nm)
20M07-2	1180°C / 2 h + R25-1120-R100	185 – 340	-
22M01-2	1180°C / 2 h + R25-1100-R100	290 – 520	70 – 100
22M14-2	1180°C / 2 h + R25-1080-R100	340 – 670	65 – 75
22M03-3	1180°C / 2 h + R40-1100-R100	300 – 480	30 – 60
22M03-2	1180°C / 2 h + R40-1080-R100	280 – 500	30 – 40

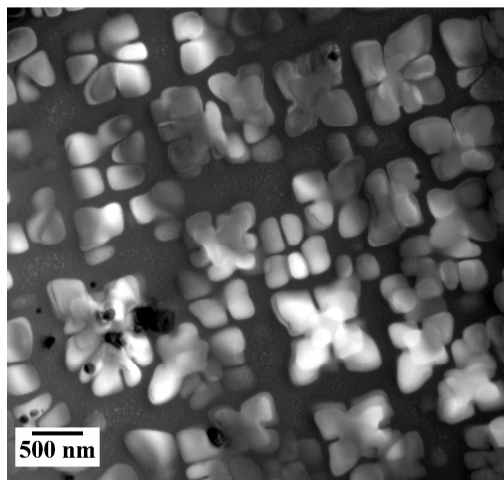
**B2.3. Refroidissements « à palier »**

Référence de l'échantillon	Traitement thermique	Taille des $\gamma'$ secondaires de 1 <sup>ère</sup> génération (nm)	Diamètre maximal des $\gamma'$ secondaires de 2 <sup>nde</sup> génération (nm)
22M05-3	1180°C / 2 h + R10 → 1050 + C-1100°C / 5 min + R100	620	70 – 90
22M05-1	1180°C / 2 h + R40 → 1110 + R10 → 1000 + C-1050°C / 3 min + R100	370	20 – 50
22M09-3	1180°C / 2 h + R40 → 1110 + R10 → 1000 + C-1147°C / 4 min + R100	480 ou 280	280 ou 30 – 60
22M11-3	1180°C / 2 h + R40 → 1110 + R10 → 1000 + C-1115°C / 4 min + R100	410	40 – 100
22M19-3	1180°C / 2 h + R30 → 1000 + C-1115°C / 4 min + R100	390	70 – 120

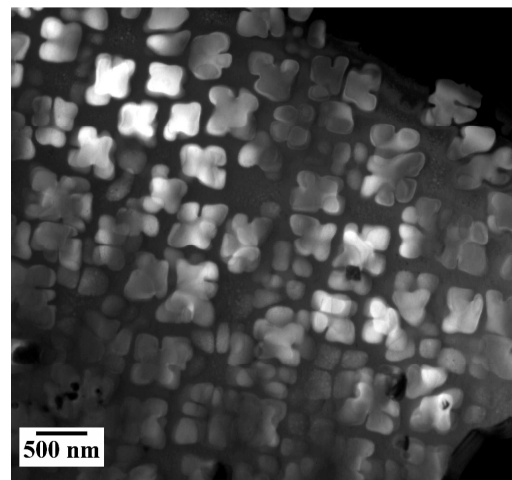
**B3. Revenus**

Référence de l'échantillon	Traitement thermique	Diamètre max. $\gamma'$ tertiaires (nm)
20M03-2	1120°C / 4 h + ref. 100°C/min + 700°C / 8 h	3
20M03-3	1120°C / 4 h + ref. 100°C/min + 750°C / 8 h	5
20M07-3	1120°C / 4 h + ref. 100°C/min + 775°C / 8 h	12
20M02-1	1120°C / 4 h + ref. 100°C/min + 800°C / 8 h	25
20M07-1	1120°C / 4 h + ref. 100°C/min + 825°C / 8 h	40
20M03-1	1120°C / 4 h + ref. 100°C/min + 775°C / 24 h	16
22M06-2	1180°C / 2 h + ref. 100°C/min + 700°C / 8 h	7
22M08-2	1180°C / 2 h + ref. 100°C/min + 750°C / 8 h	10
22M10-2	1180°C / 2 h + ref. 100°C/min + 775°C / 8 h	13
22M12-1	1180°C / 2 h + ref. 100°C/min + 800°C / 8 h	25
22M14-1	1180°C / 2 h + ref. 100°C/min + 825°C / 8 h	40
22M02-2	1180°C / 2 h + ref. 100°C/min + 775°C / 24 h	30
22M16-1	1180°C / 2 h + R25-1080-R100 + 700°C / 8 h	15
22M16-2	1180°C / 2 h + R25-1080-R100 + 750°C / 8 h	15
22M18-1	1180°C / 2 h + R25-1080-R100 + 775°C / 8 h	30
22M01-3	1180°C / 2 h + R25-1080-R100 + 800°C / 8 h	30
22M18-2	1180°C / 2 h + R25-1080-R100 + 825°C / 8 h	35
22M14-2	1180°C / 2 h + R25-1080-R100 + 775°C / 24 h	20

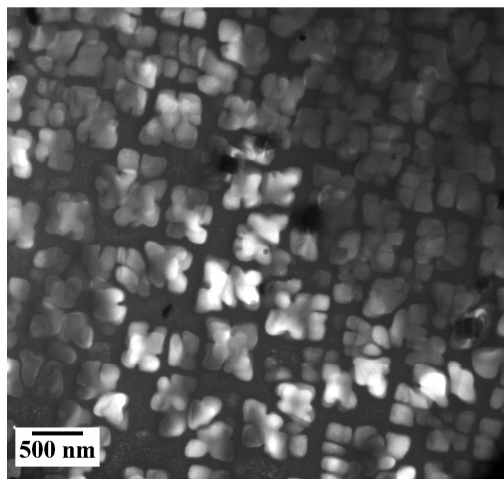
## Annexe C - Observations en MET



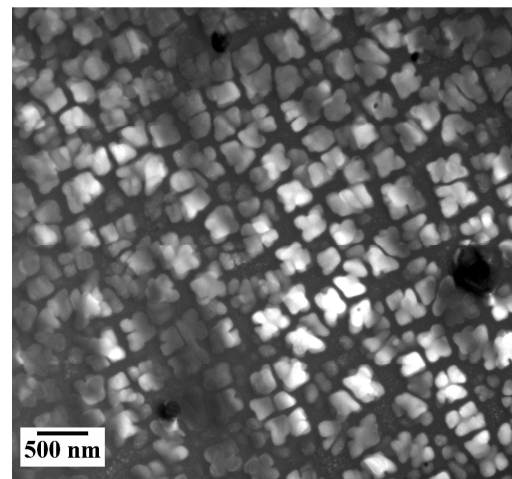
10°C/min (éch. 22M15-3)



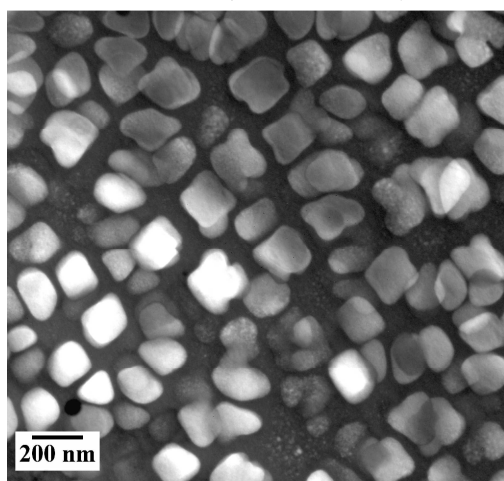
25°C/min (éch. 20M09-3)



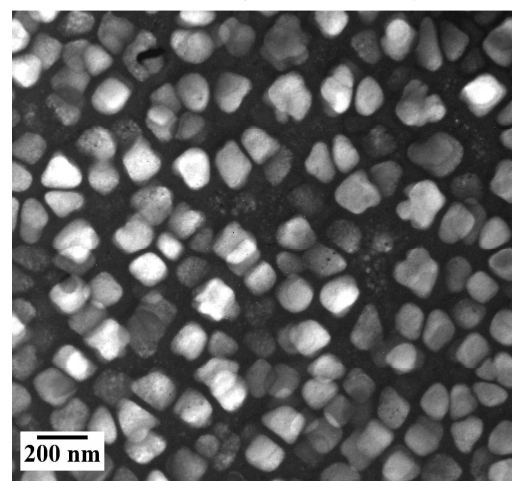
50°C/min (éch. 22M15-2)



100°C/min (éch. 20M09-2)



200°C/min (éch. 22M07-1)



400°C/min (éch. 20M09-1)

Figure 20 : Observations en MET (champ sombre sur  $g=300 \gamma'$ , proche d'un axe de zone  $\langle 100 \rangle$ ) de la microstructure du N19 après une mise en solution supersolvus (1180°C / 2 h) suivie de différentes vitesses de refroidissement montrant l'évolution des  $\gamma'$  secondaires.

## Annexe D - Étude du vieillissement

### D1. Effet du vieillissement sur la microstructure de l'alliage N19

Une des problématiques des alliages pour disque de turbine est la stabilité microstructurale de l'alliage au cours d'expositions prolongées à haute température. En effet, une exposition à haute température pendant une très longue durée, comme c'est le cas en service, peut entraîner la formation de phases nocives pour le comportement mécanique de l'alliage. Ainsi, après exposition à 750°C pendant 500 h, des carbures intergranulaires et des phases intragranulaires précipitent dans l'alliage N18 traité subsolvus [GUÉDOU, 1992]. D'autres auteurs ont rapporté la précipitation de phases TCP de type  $\sigma$  et  $\mu$  dans l'alliage N18 après des expositions prolongées à haute température [FLAGEOLET, 2004 ; WLODEK, 1992].

Deux conditions de vieillissement ont été sélectionnées pour être étudiées : un vieillissement à 750°C pendant 500 h et un vieillissement à 700°C pendant 5000 h. Les effets de ces deux conditions de vieillissement ont été étudiés après deux traitements thermiques : le traitement thermique dit de référence avec une mise en solution supersolvus (SUP + R100 + r775) et le traitement thermique avec une mise en solution subsolvus (SUB + R100 + r750). Le détail de ces traitements thermiques et des conditions de vieillissement est donné dans le Tableau 1. Les traitements de vieillissement ont été réalisés par l'ONERA sur des ébauches traitées thermiquement.

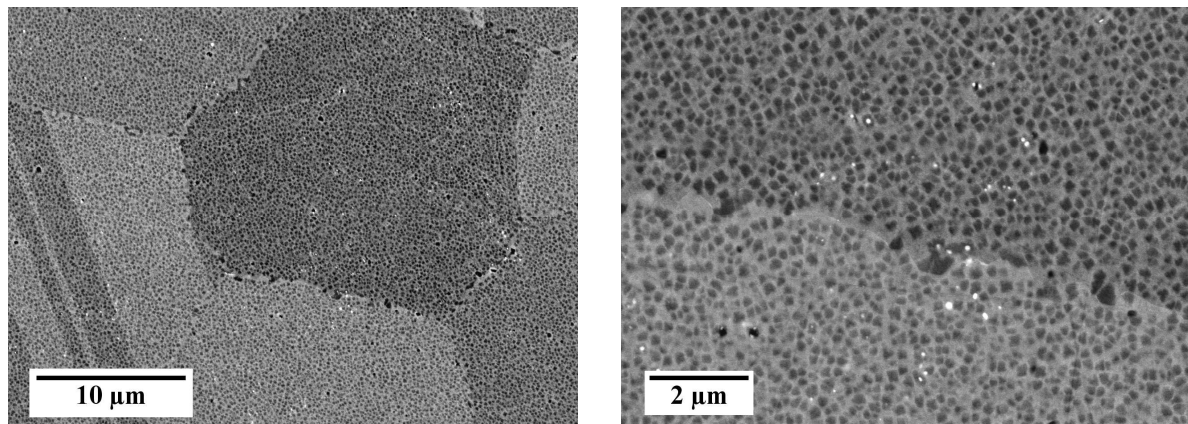
Traitement thermique	Vieillissement	Dénomination
1180°C / 2 h + ref. 100°C/min + 775°C / 8 h	<b>750°C / 500 h</b>	SUP + R100 + r775 + <b>V500</b>
1180°C / 2 h + ref. 100°C/min + 775°C / 8 h	<b>700°C / 5000 h</b>	SUP + R100 + r775 + <b>V5000</b>
1120°C / 4 h + ref. 100°C/min + 750°C / 8 h	<b>700°C / 5000 h</b>	SUB + R100 + r750 + <b>V5000</b>

**Tableau 1 : Conditions de vieillissement étudiées après le traitement de référence et après le traitement avec une mise en solution subsolvus.**

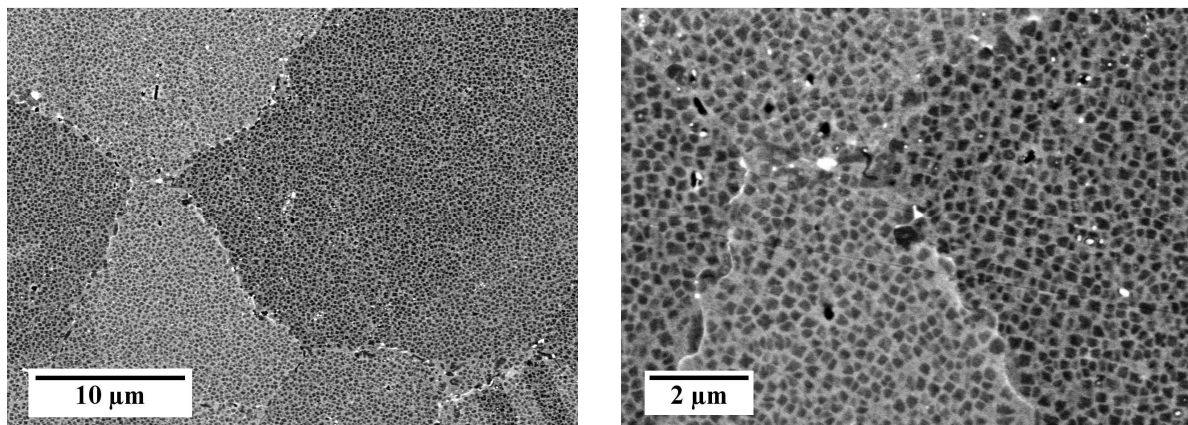
Les observations en microscopie électronique à balayage en électrons rétrodiffusés de la microstructure issue du traitement supersolvus de référence suivi d'un vieillissement à 750°C pendant 500 h et à 700°C pendant 5000 h sont présentées sur la Figure 21 et comparées à la microstructure issue du même traitement thermique mais sans vieillissement. Les mêmes observations ont été réalisées sur la microstructure issue du traitement subsolvus avant et après vieillissement, et sont présentées sur la Figure 22.

Après un vieillissement de 500 h à 750°C et après un vieillissement de 5000 h à 700°C, la microstructure issue du traitement supersolvus de référence (SUP + R100 + r775) ne semble pas présenter de phases TCP. On remarque la présence de phases très fines en forme de « ruban » aux joints de grains après les traitements de vieillissement. Cependant, la présence de ces phases n'est pas continue. Ces phases pourraient être des carbures de type  $M_{23}C_6$ , mais cela semble difficile à confirmer en l'absence d'analyses supplémentaires.

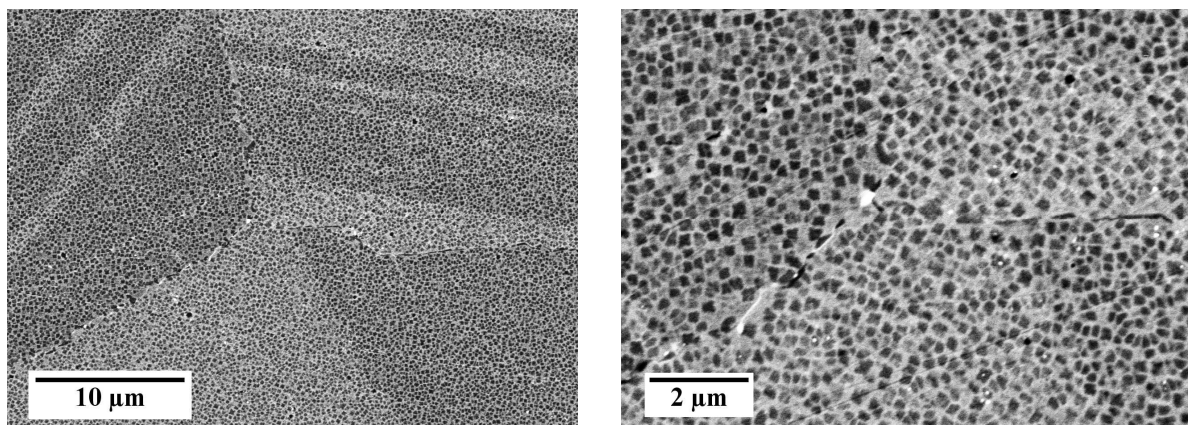




a) SUP + R100 + r775 sans vieillissement (35P01)

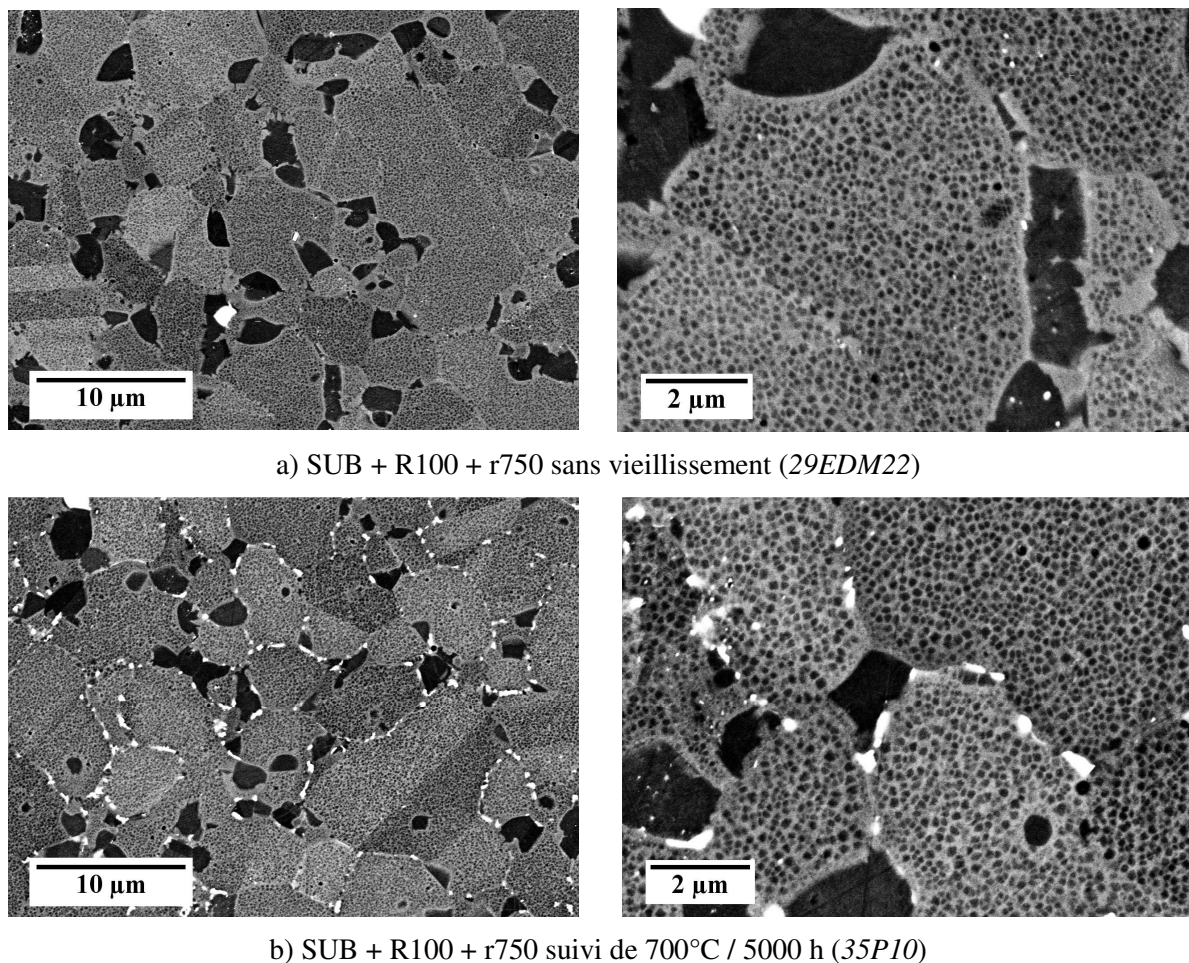


b) SUP + R100 + r775 suivi de 750°C / 500 h (35P12)



c) SUP + R100 + r775 suivi de 700°C / 5000 h (35P09)

**Figure 21 : Effet d'un vieillissement à 750°C pendant 500 h et d'un vieillissement à 700°C pendant 5000 h après une mise en solution supersolvus (SUP + R100 + r775 + V500 et SUP + R100 + r775 + V5000). (Observations en MEB, électrons rétro-diffusés).**



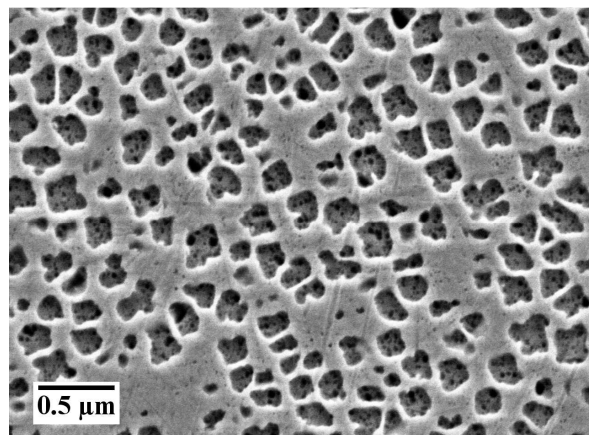
**Figure 22 : Effet d'un vieillissement à 700°C pendant 5000 h après une mise en solution subsolvus (SUB + R100 + r750 + V5000). (Observations en MEB, électrons rétro-diffusés).**

Par contre, des phases (qui apparaissent en blanc sur les micrographies de la Figure 22) se sont formées aux joints de grains au cours d'un vieillissement de 5000 h à 700°C de la microstructure issue du traitement subsolvus (SUB + R100 + r750). Ces phases pourraient correspondre à des phases  $\sigma$ , mais elles sont de trop faibles dimensions pour être analysées par EDX en MEB.

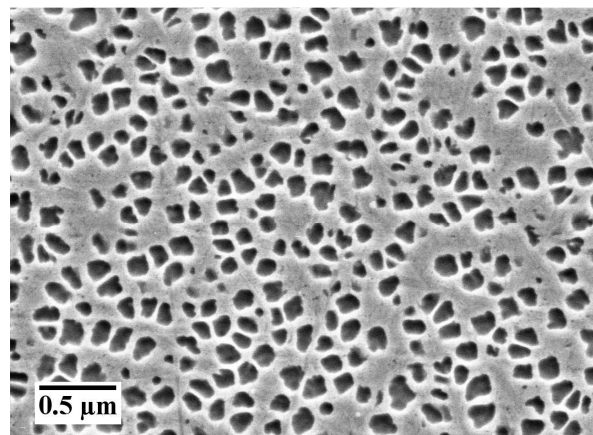
La microstructure issue du traitement supersolvus semble donc plus stable lors d'une exposition de 5000 h à 700°C que la microstructure issue du traitement subsolvus. Keefe *et al.* ont également constaté que l'alliage Udimet720 traité supersolvus présentait une meilleure stabilité microstructurale, vis-à-vis de la précipitation de phase  $\sigma$  intergranulaire, que l'alliage Udimet720 traité subsolvus [KEEFE, 1992]. Ils ont suggéré que la précipitation de phase  $\sigma$  était accélérée dans l'alliage issu du traitement subsolvus du fait de la taille de grains plus petite, notamment grâce à une diffusion plus rapide du chrome aux joints de grains.

Concernant la précipitation de la phase  $\gamma'$ , les observations de la Figure 23 montrent une très légère augmentation de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires sous l'effet d'un vieillissement dans le cas de la microstructure issue du traitement subsolvus (SUB + R100 + r750). Par contre, la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires n'augmente pas dans la microstructure issue du traitement supersolvus de référence (SUP + R100 + r775) sous l'effet d'une exposition prolongée à haute température.

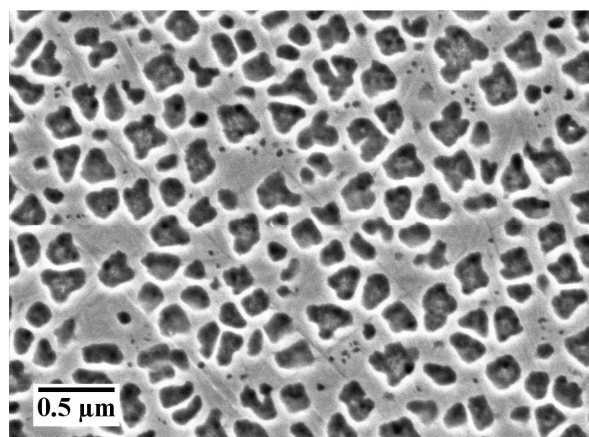




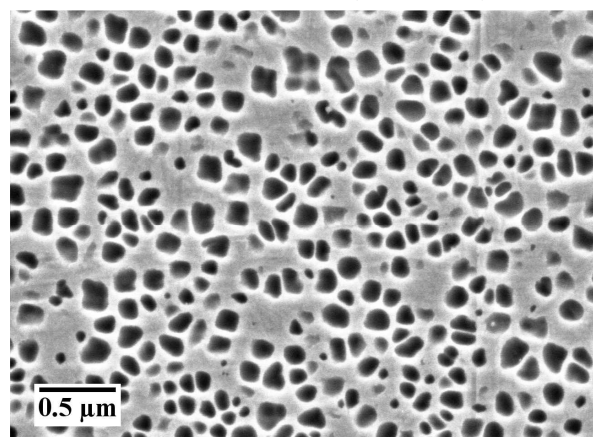
SUP + R100 + r775  
Sans vieillissement (25EDM01)



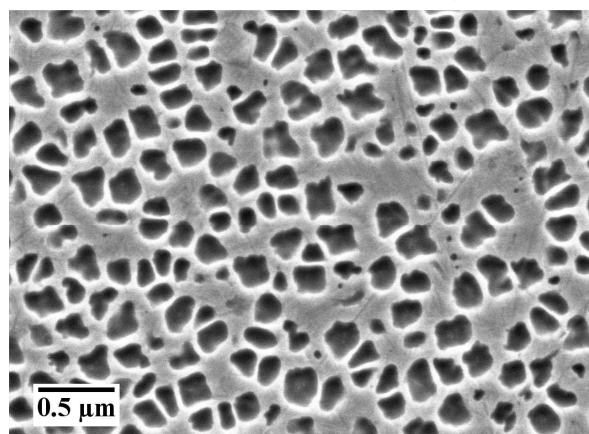
SUB + R100 + r750  
Sans vieillissement (29EDM22)



SUP + R100 + r775  
+ Vieillissement 700°C / 5000 h (35P09)



SUB + R100 + r750  
+ Vieillissement 700°C / 5000 h (35P10)



SUP + R100 + r775  
+ Vieillissement 750°C / 500 h (35P12)

a)

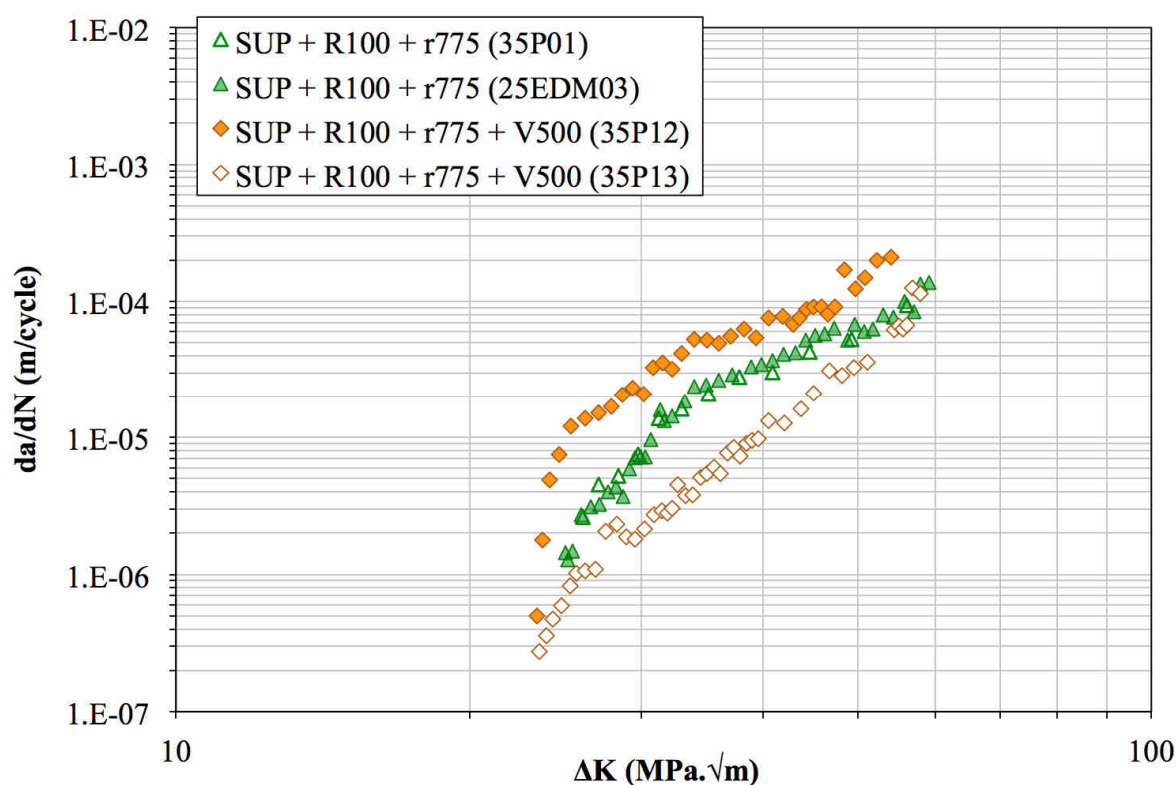
b)

Figure 23 : Influence d'un vieillissement à 700°C pendant 5000 h et d'un vieillissement à 750°C pendant 500 h, a) après un traitement supersolvus (SUP + R100 + r775) et b) après un traitement subsolvus (SUB + R100 + r750). (Observations en MEB, électrons secondaires).

## D2. Effet du vieillissement sur la propagation de fissure en fatigue-fluage de l'alliage N19

Les durées d'exposition à haute température étant longues, 500 h (environ 21 jours) et 5000 h, (environ 7 mois), il a été décidé d'étudier uniquement l'effet du vieillissement sur la résistance à la propagation de fissure. Cependant, les essais de propagation de fissure n'ont pu être réalisés que sur la microstructure ayant subi le vieillissement de 500 h, car le traitement des microstructures ayant subi le vieillissement de 5000 h s'est achevé trop tardivement.

Les vitesses de propagation de fissure mesurées lors des essais sur les microstructures vieilles sont comparées sur la Figure 24 aux vitesses de propagation de fissure mesurées sur la même microstructure à l'état non vieilli.



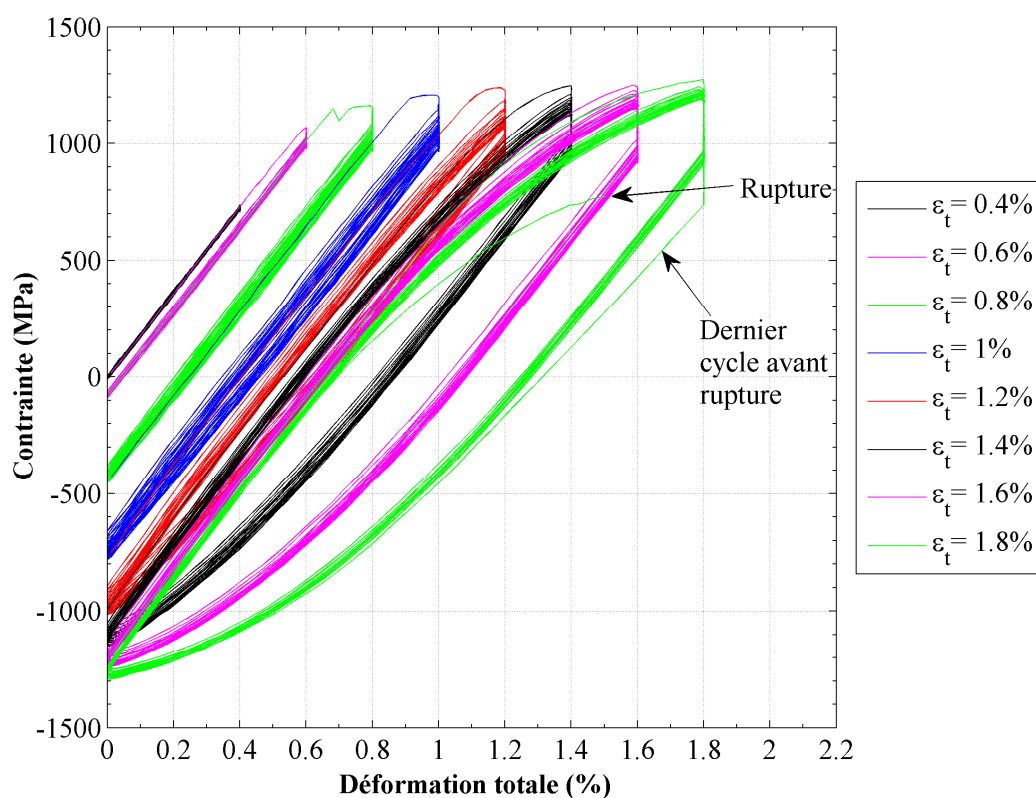
**Figure 24 : Comparaison des vitesses de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C d'une microstructure traitée 1180°C / 2 h + ref. 100°C/min + revenu 775°C / 8 h sans vieillissement et après un vieillissement de 500 h à 750°C.**

Les deux essais sur la microstructure après vieillissement donnent des vitesses de propagation de fissure qui diffèrent de plus d'un ordre de grandeur. Les observations effectuées en microscopie électronique à balayage en électrons rétro-diffusés n'ont pas montré de différence de microstructure entre les deux éprouvettes. Un essai supplémentaire sur une microstructure traitée 1180°C / 2h + ref. 100°C/min + revenu 775°C / 8h et suivie d'un vieillissement dans les mêmes conditions aurait été nécessaire pour conclure quant à l'effet d'un vieillissement à 750°C pendant 500 h sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue avec temps de maintien à 650°C. Cependant, il n'a pas été possible de réaliser cet essai supplémentaire car seulement deux ébauches ont subi un vieillissement à 750°C pendant 500 h, dans lesquelles ont été prélevées les deux éprouvettes qui ont été testées.

## Annexe E - Essais de fatigue-relaxation

### E1. Évolution de la contrainte en fonction de la déformation imposée

Les courbes représentant l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation imposée lors de l'essai de fatigue-relaxation à 650°C pour chacune des huit microstructures testées sont présentées sur les Figures 8 à 15 (se référer au Tableau 6-2 du Chapitre 6 pour le détail des paramètres de traitements thermiques et les références des éprouvettes).



**Figure 25 : Boucles de contrainte / déformation dans le cas de la microstructure issue du traitement 1120°C / 4 h + refroidissement 100°C/min + revenu 750°C / 8 h (25EDM10).**

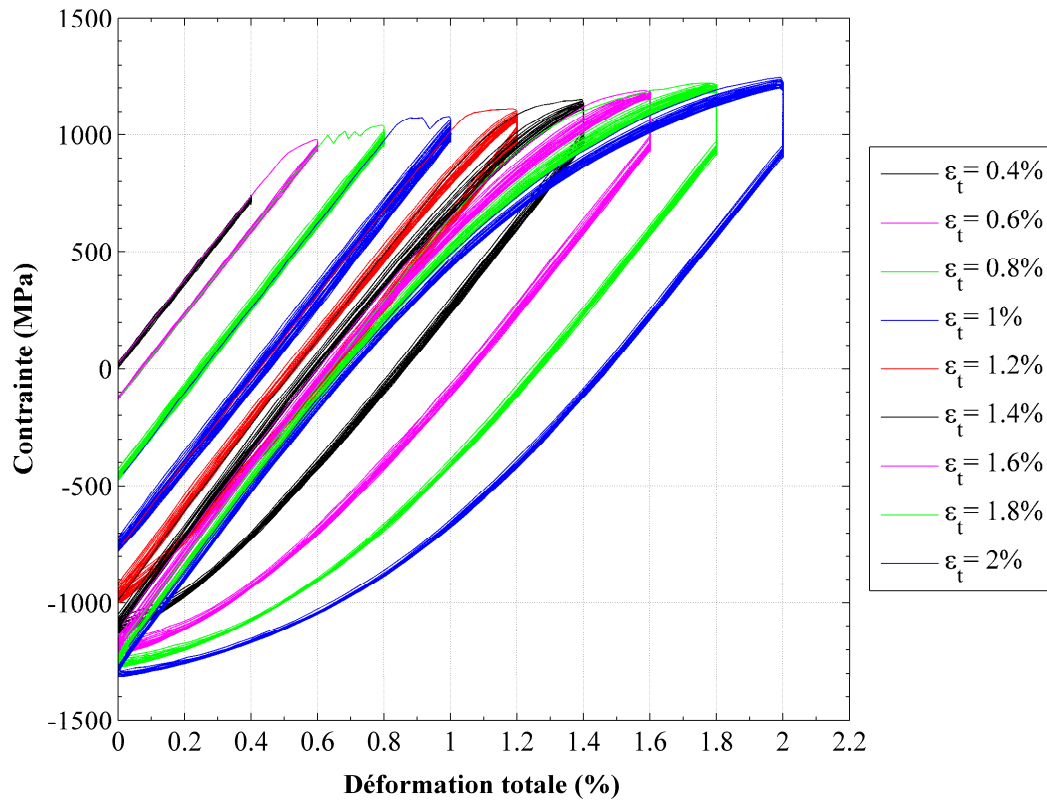


Figure 26 : Boucles de contrainte / déformation dans le cas de la microstructure issue du traitement 1180°C / 2 h + refroidissement 100°C/min + revenu 775°C / 8 h (25EDM01).

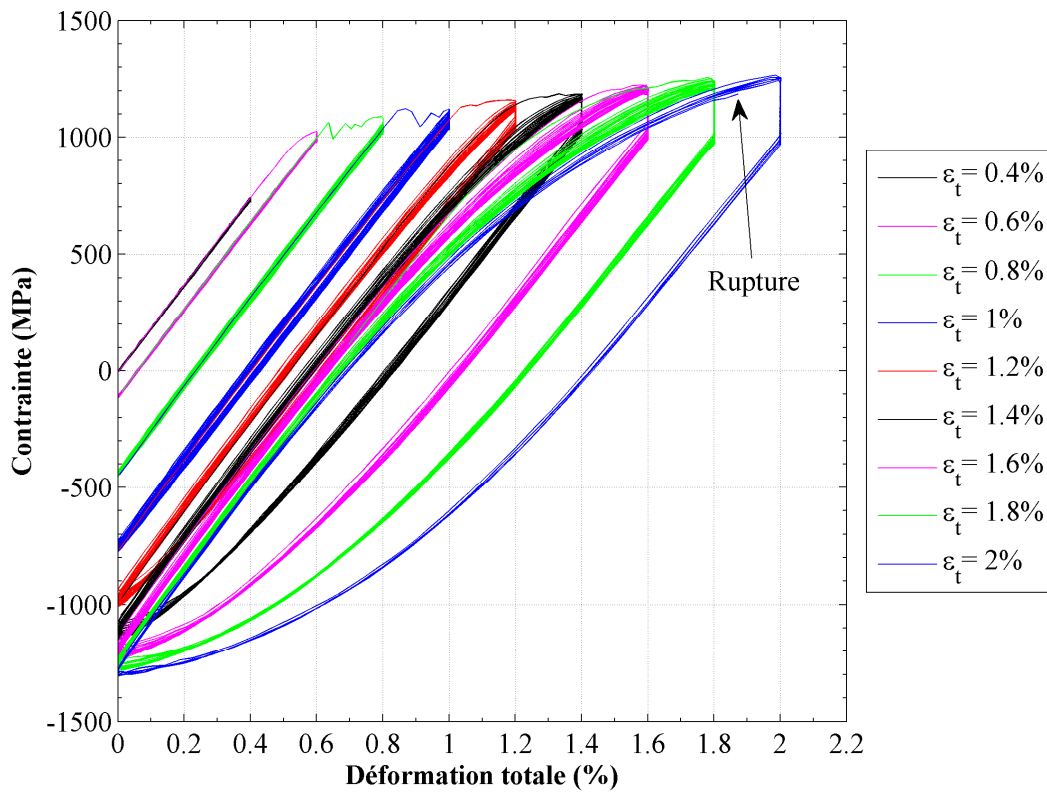


Figure 27 : Boucles de contrainte / déformation dans le cas de la microstructure issue du traitement 1180°C / 2 h + refroidissement 230°C/min + revenu 775°C / 8 h (25EDM21).

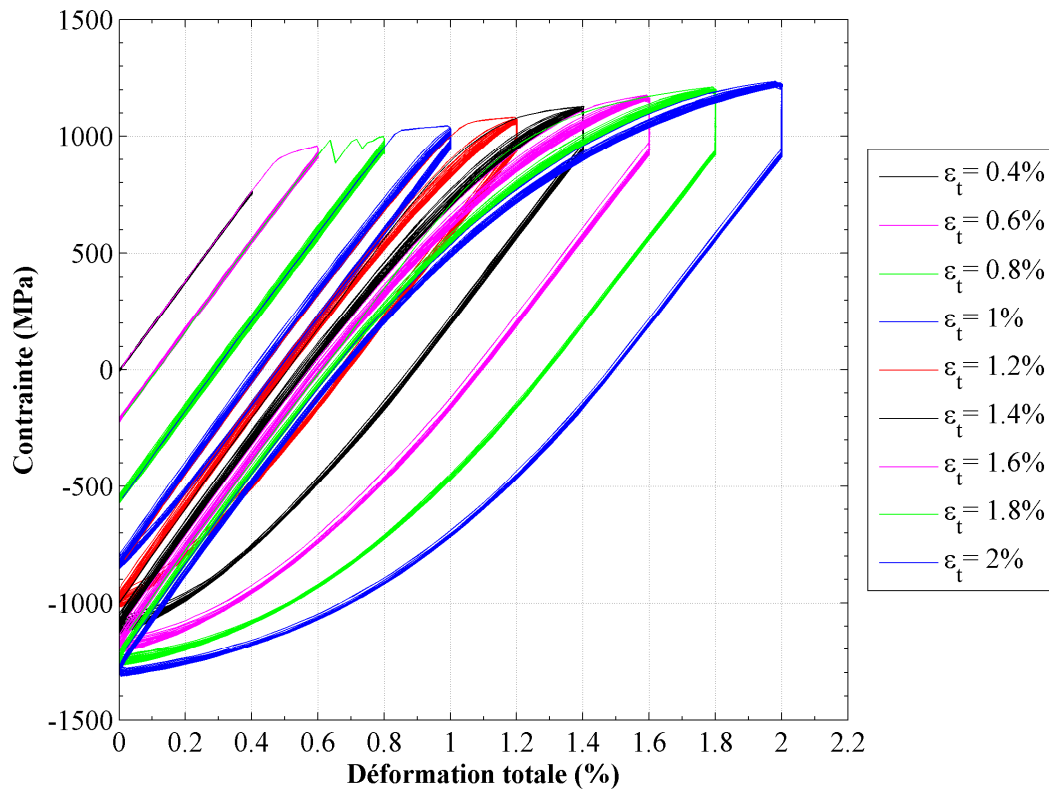


Figure 28 : Boucles de contrainte / déformation dans le cas de la microstructure issue du traitement 1180°C / 2 h + refroidissement 50°C/min + revenu 775°C / 8 h (25EDM16).

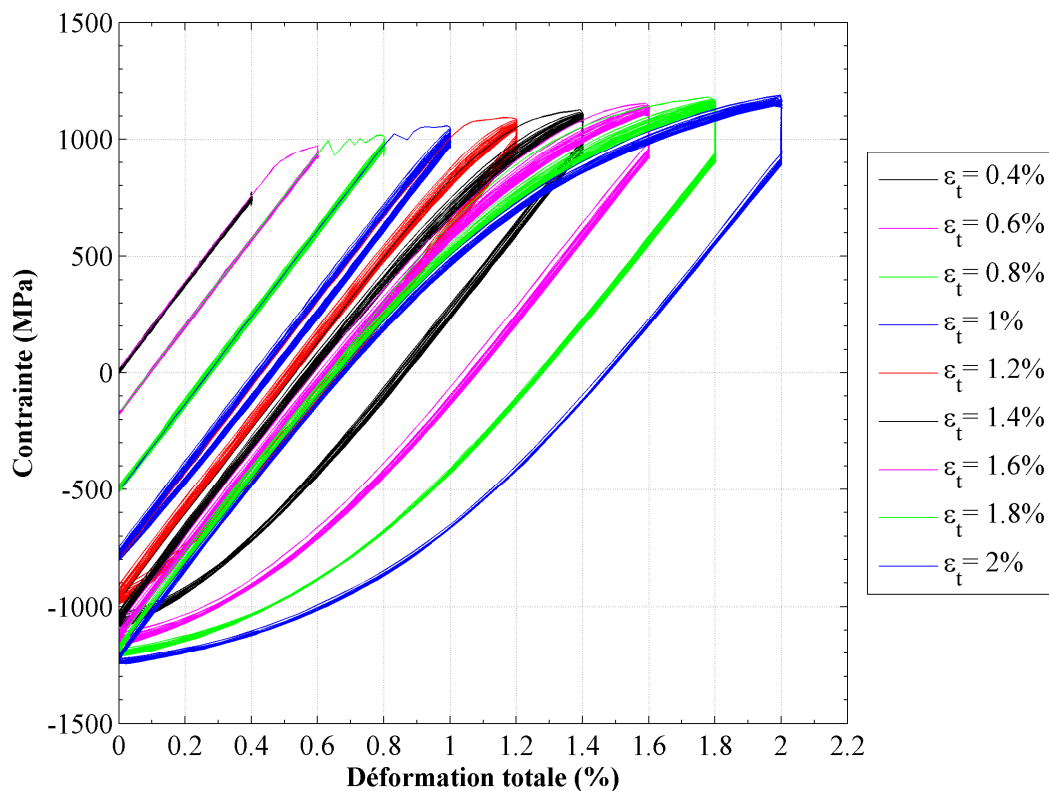


Figure 29 : Boucles de contrainte / déformation de la microstructure issue du traitement 1180°C / 2 h + ref. 16°C/min jusqu'à 1080°C puis 110°C/min + revenu 750°C / 8 h (25EDM08).

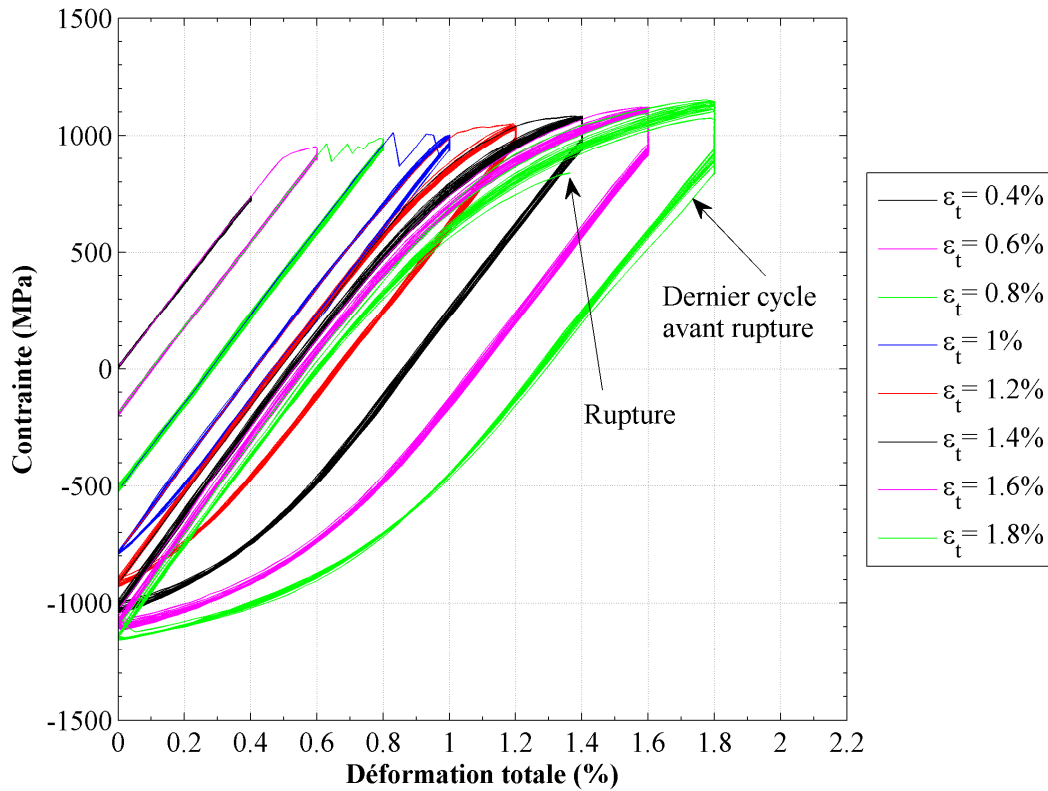


Figure 30 : Boucles de contrainte / déformation dans le cas de la microstructure issue du traitement 1180°C / 2 h + refroidissement 100°C/min + revenu 700°C / 8 h (25EDM06).

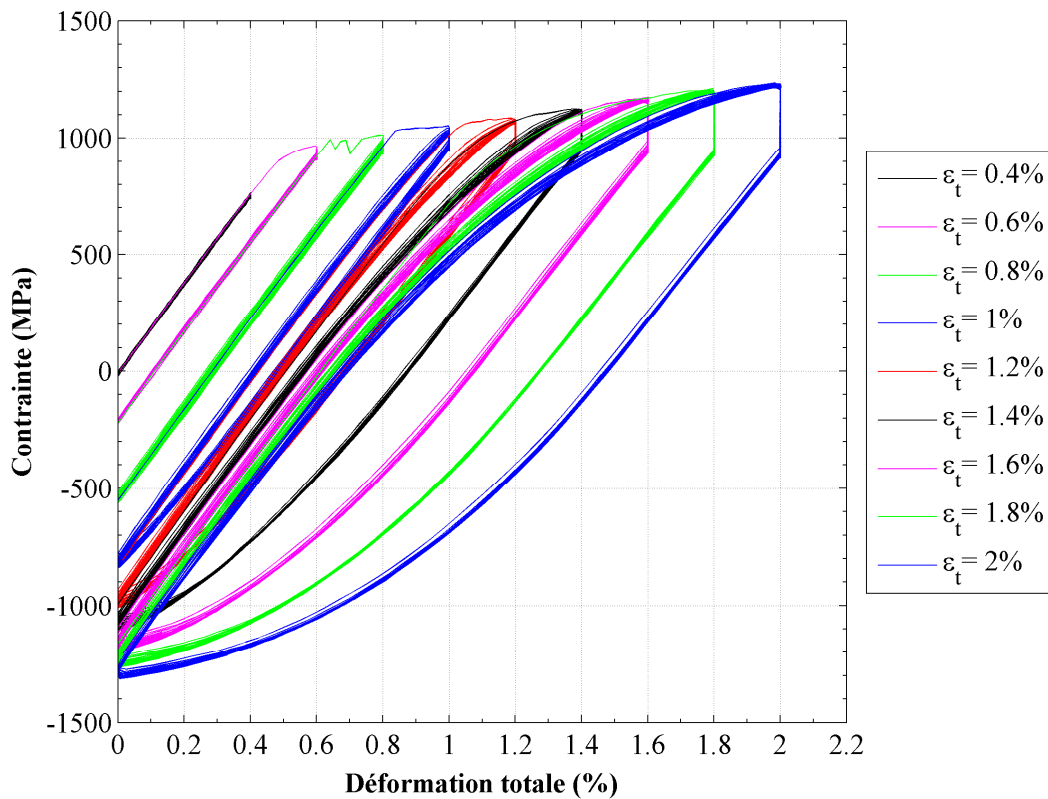


Figure 31 : Boucles de contrainte / déformation dans le cas de la microstructure issue du traitement 1180°C / 2 h + refroidissement 100°C/min + revenu 800°C / 8 h (29EDM24).



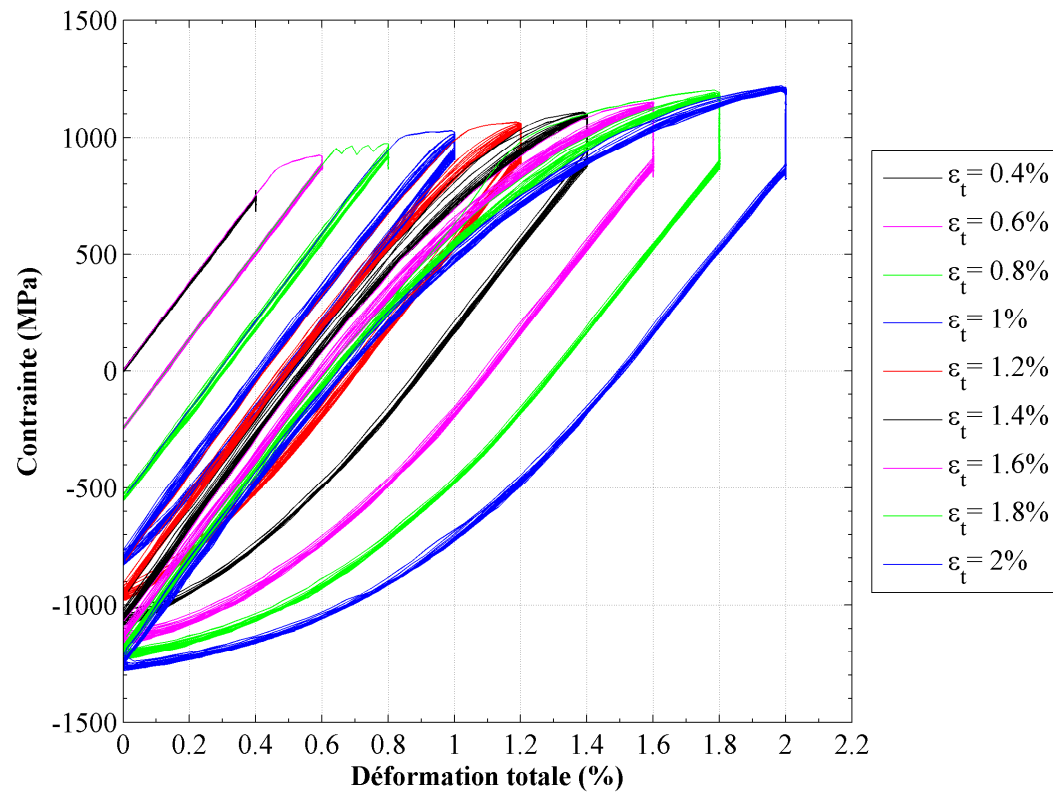


Figure 32 : Boucles de contrainte / déformation dans le cas de la microstructure issue du traitement 1180°C / 2 h + refroidissement 100°C/min + revenu 825°C / 8 h (25EDM13).

## E2. Contrainte relaxée

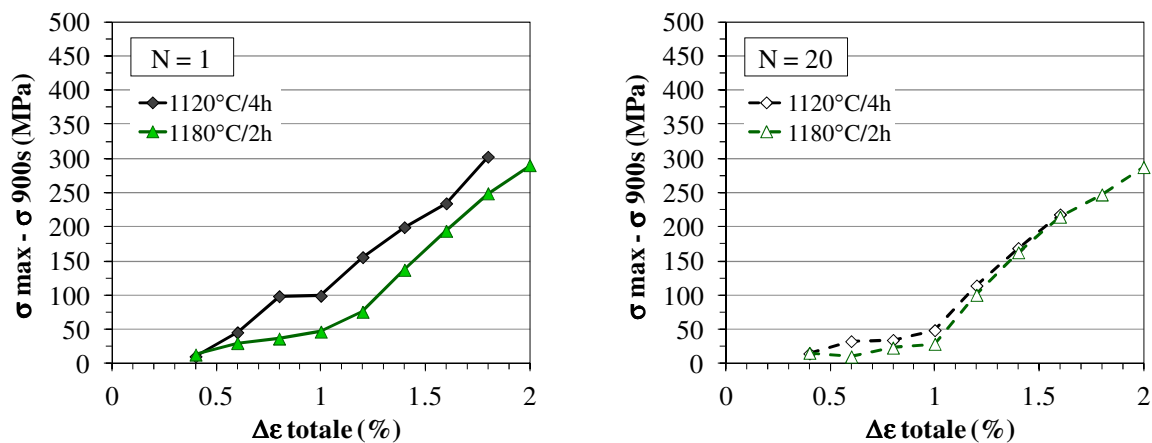
Afin de comparer l'aptitude à relaxer des microstructures, l'évolution de l'écart entre la contrainte maximale et la contrainte en fin de relaxation après 900 secondes de maintien à déformation constante a été étudiée. Cet écart, appelé contrainte relaxée, est calculé de la façon suivante :

$$\delta\sigma_{\text{relax}} = \sigma_{\text{max}} - \sigma_{900\text{s}}$$

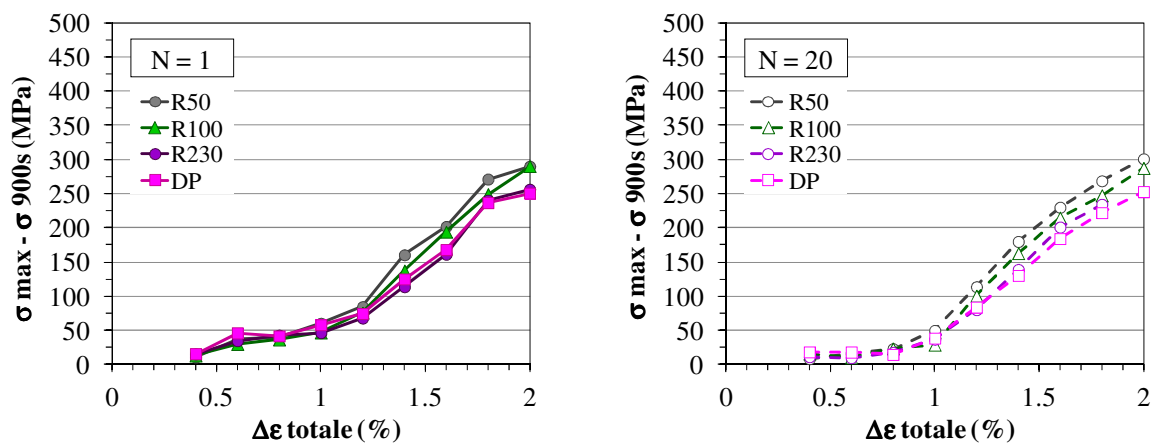
Quels que soient les paramètres de traitements thermiques, la contrainte relaxée augmente lorsque l'amplitude de déformation totale augmente, comme le montrent les graphiques de la Figure 33.

Dans le cas de toutes les microstructures issues d'un traitement supersolvus, la contrainte relaxée au premier cycle est légèrement supérieure (maximum 30 MPa) à la contrainte relaxée au dernier cycle pour les déformations imposées inférieures à 1 %. Au-delà de 1 % de déformation totale, c'est la contrainte relaxée au dernier cycle qui est légèrement supérieure à la contrainte relaxée au premier cycle. En revanche, dans le cas de la microstructure issue du traitement subsolvus, la contrainte relaxée au premier cycle est toujours supérieure (maximum 70 MPa) à la contrainte relaxée au dernier cycle, et plus particulièrement pour des déformations totales imposées inférieures à 1.2 %.

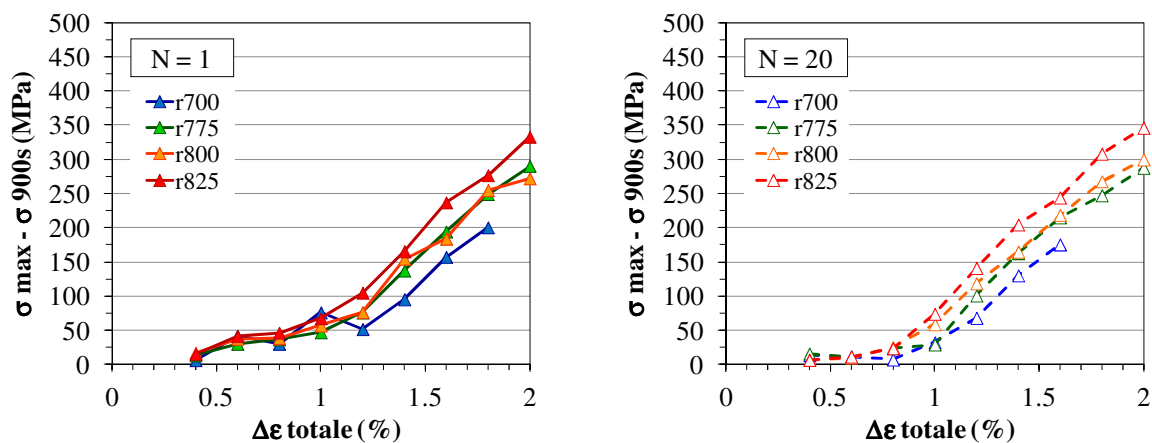
La contrainte relaxée au premier cycle dans le cas de la microstructure issue du traitement subsolvus est plus importante que dans le cas de la microstructure issue du traitement supersolvus de référence (SUP + R100 + r775), comme le montre le graphique de la Figure 33 a) pour N=1. Par contre, aux cycles suivants, et en particulier au dernier cycle, les contraintes relaxées de ces deux microstructures sont pratiquement égales (voir Figure 33 a) pour N=20).



a) Influence de la mise en solution



b) Influence du refroidissement



c) Influence du revenu

Figure 33 : Variation de la contrainte relaxée en fonction de l'amplitude de déformation totale imposée et des paramètres de traitements thermiques, au cours de la 1<sup>ère</sup> et de la 20<sup>ème</sup> relaxation.

Concernant les microstructures issues des traitements avec une mise en solution supersolvus, on constate que :

- Plus la vitesse de refroidissement est faible, et donc plus les précipités  $\gamma'$  secondaires sont gros et plus la largeur des couloirs entre ces précipités est grande, plus l'amplitude de contrainte relaxée est grande, excepté dans le cas du refroidissement double pente (DP, voir Figure 6-16 a). En effet, bien que les précipités  $\gamma'$  secondaires soient plus gros (arêtes d'environ 480 nm) et très espacés, la relaxation est moindre. Cette différence de comportement est attribuée à la seconde génération de  $\gamma'$  secondaires et aux précipités  $\gamma'$  tertiaires présents dans les couloirs de matrice  $\gamma$  entre les précipités  $\gamma'$  secondaires de première génération.
- Plus la température de revenu est élevée, plus la contrainte relaxée est grande. Puisque le diamètre maximal des précipités  $\gamma'$  tertiaires dépend des conditions de revenu, on peut corrélérer la contrainte relaxée avec le diamètre maximal des précipités  $\gamma'$  tertiaires (voir Figure 6-16 b). Cependant, comme nous l'avons déjà évoqué dans le chapitre 6 aux paragraphes 6.2.1 et 6.2.2.4., après un refroidissement à 100°C/min, les tertiaires ne sont pas répartis de manière homogène, et il est difficile de déterminer si l'effet des conditions de revenu sur la contrainte relaxée  $\sigma_{\max} - \sigma_{900s}$  est dû effectivement à un effet de taille des précipités  $\gamma'$  tertiaires ou à un effet lié à la répartition des éléments contribuant au durcissement de solution solide dans la matrice.

Cependant, l'influence du traitement de revenu sur la contrainte relaxée est plus marquée que l'influence des conditions de refroidissement. L'écart maximal mesuré entre la contrainte relaxée de la microstructure refroidie à 50°C/min et la contrainte relaxée de la microstructure refroidie à 230°C/min est de 40 MPa, tandis que l'écart maximal mesuré entre la contrainte relaxée de la microstructure issue du revenu à 825°C et la contrainte relaxée de la microstructure issue du revenu à 700°C est de 75 MPa. L'aptitude d'une microstructure à relaxer semble donc davantage liée à l'occupation des couloirs de la matrice  $\gamma$  par les  $\gamma'$  tertiaires qu'à la largeur de ces couloirs : plus les couloirs sont vides de précipités  $\gamma'$  tertiaires ou d'éléments de durcissement de solution solide, c'est-à-dire plus la température de revenu est élevée, plus la relaxation de contrainte est importante.

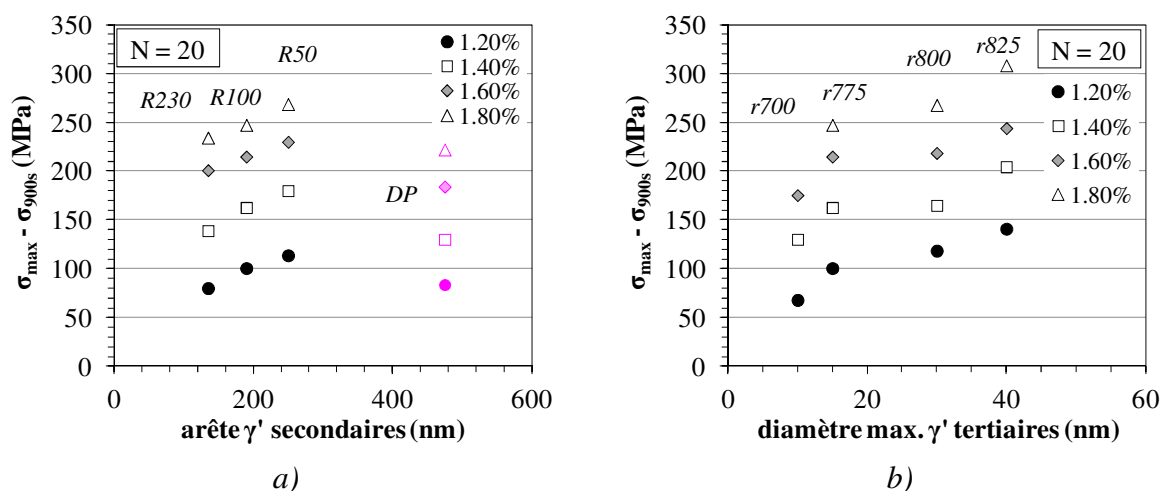


Figure 34 : Corrélation entre la contrainte relaxée après 20 cycles à 1.2 %, 1.4 %, 1.6 % et 1.8 % de déformation totale imposée et : a) la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires ; b) le diamètre maximal des précipités  $\gamma'$  tertiaires.

### E3. Volume d'activation

Le volume d'activation est caractéristique du mécanisme de relaxation et est défini par [BONNEVILLE, 1979]:

$$V_a = kT \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \sigma} \right)_T$$

avec  $k$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température.

Un volume d'activation apparent a été déterminé à partir des courbes représentant la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte. Le volume d'activation est exprimé en  $b^3$ , avec  $b$  le vecteur de Burgers, qui est relié au paramètre de la maille de nickel  $a$  (0.3523 nm [VILLARS, 1985]) par  $b = a / \sqrt{2}$  [HULL, 1984].

Les valeurs de volume d'activation ont été déterminées à partir de la première relaxation de chaque niveau de déformation totale appliquée pour chaque microstructure, et ont été représentées, sur la Figure 35, en fonction de la valeur de la déformation plastique atteinte en fin de chargement. Cependant, les valeurs de volume d'activation qui ont été calculées sont des volumes d'activation apparents, et non des volumes d'activation effectifs. En effet, dans le calcul d'un volume d'activation effectif, il faut tenir compte de la contrainte effective,  $\sigma_a - \sigma_\mu$ , qui est déduite de la contrainte appliquée  $\sigma_a$  et de la contrainte interne  $\sigma_\mu$ .

Le volume d'activation diminue lorsque la déformation plastique augmente, et à partir de 1.2 % de déformation plastique (soit 1.8 % de déformation totale imposée), les courbes des huit microstructures sont pratiquement superposées, excepté dans le cas de la microstructure issue du revenu à la température la plus basse (700°C). Pour des niveaux de déformation plastique élevés (à partir de 1 % de déformation plastique), c'est-à-dire lorsqu'il y a de la plasticité importante en compression, les différences sont faibles entre les microstructures.

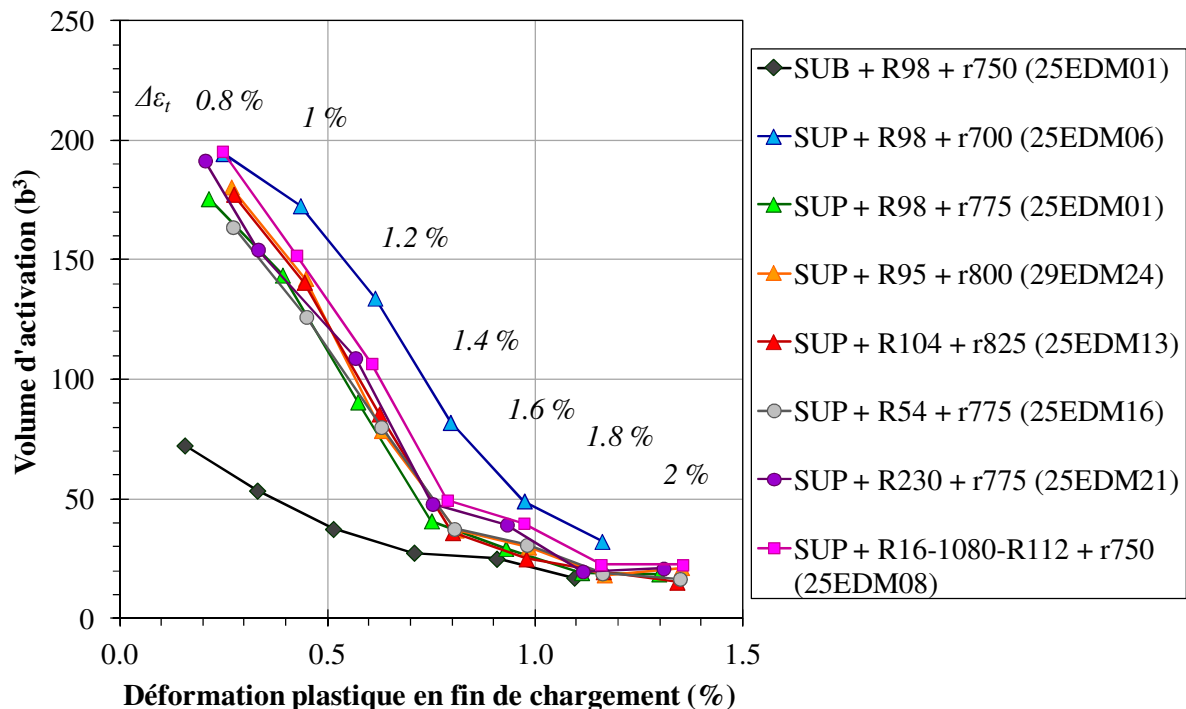
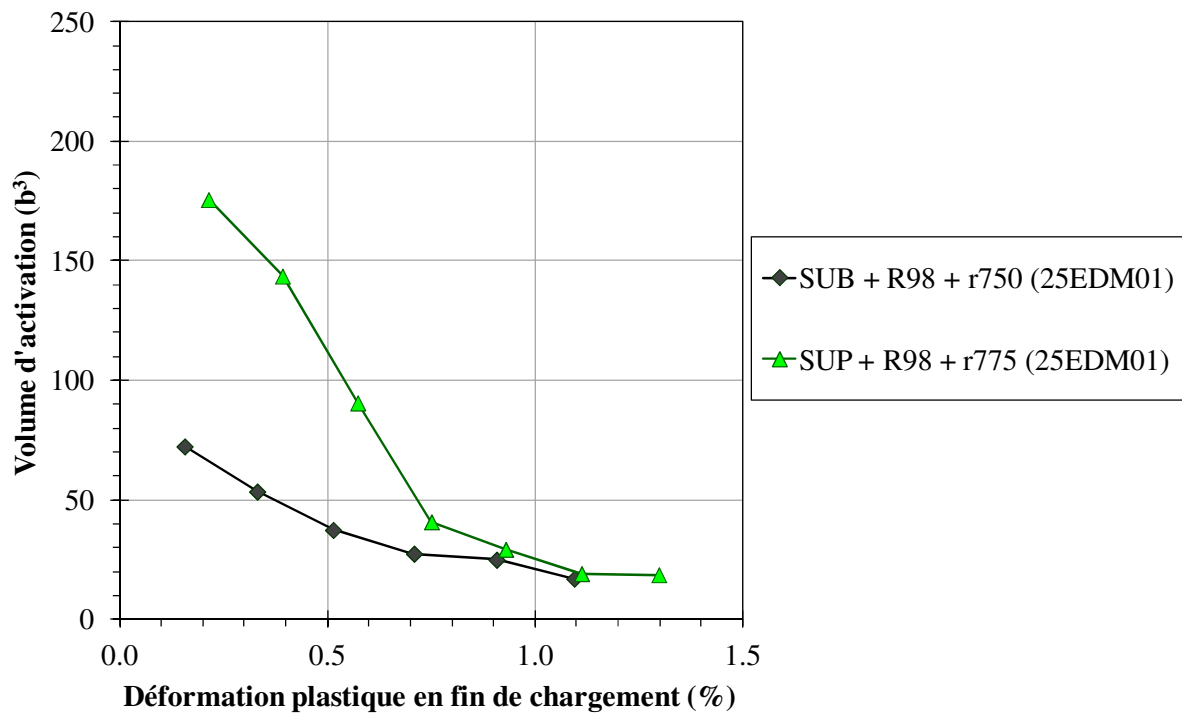


Figure 35 : Variation du volume d'activation en fonction de la déformation plastique initiale mesuré en fin de chargement.

Le volume d'activation mesuré dans le cas de la microstructure issue du traitement subsolvus est plus faible que dans le cas de la microstructure issue du traitement supersolvus de référence (SUP + R100 + r775) comme le montrent les courbes de la Figure 36.

Les volumes d'activation mesurés au cours de la relaxation des microstructures issues des traitements thermiques supersolvus avec différentes conditions de refroidissement sont similaires, comme le montre le graphique de la Figure 37. Les valeurs de volume d'activation apparents mesurées sont légèrement supérieures dans le cas de la microstructure issue du traitement avec un refroidissement double-pente (SUP + DP + r750).

Le graphique de la Figure 38 montre que la température de revenu n'a pas d'influence sur la courbe représentant la variation du volume d'activation en fonction de la déformation plastique en fin de chargement, excepté dans le cas de la microstructure qui provient du traitement de revenu à la température la plus basse (700°C) qui présente un volume d'activation supérieur aux autres microstructures issues d'un traitement supersolvus suivi d'un refroidissement à 100°C/min.



**Figure 36 : Variation du volume d'activation apparent en fonction de la déformation plastique initiale mesurée en fin de chargement – Influence de la mise en solution.**

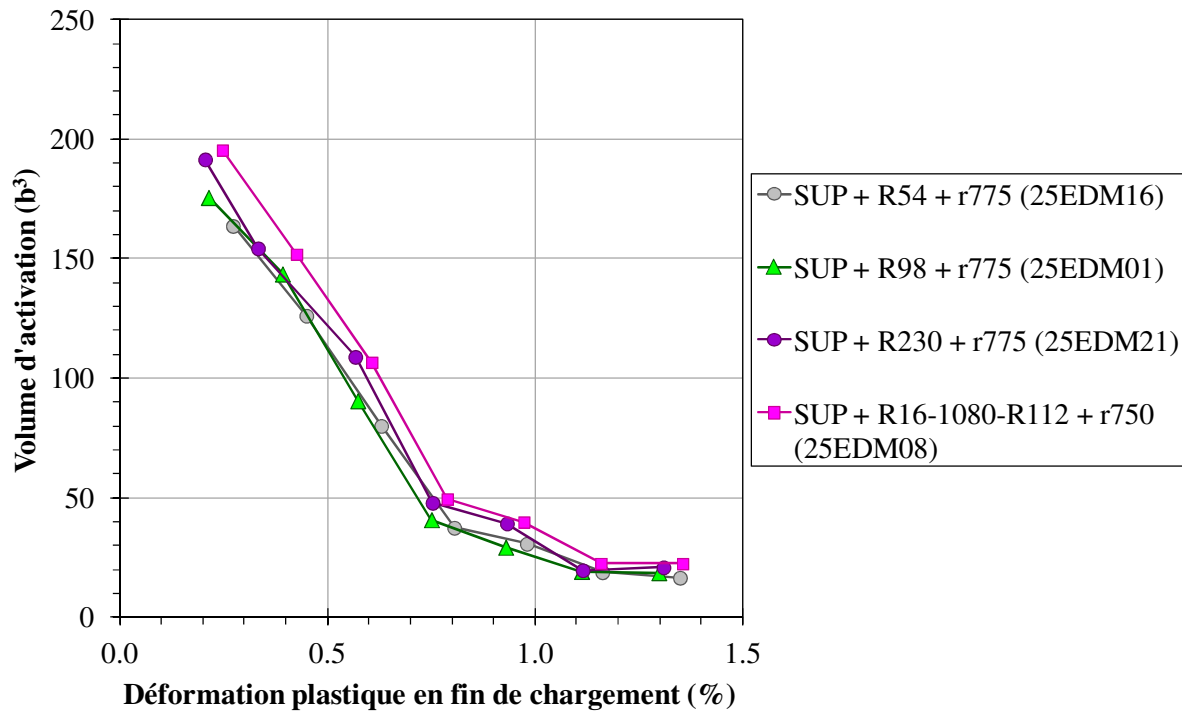


Figure 37 : Variation du volume d'activation en fonction de la déformation plastique initiale (en fin de chargement / début de relaxation) – Influence du refroidissement.

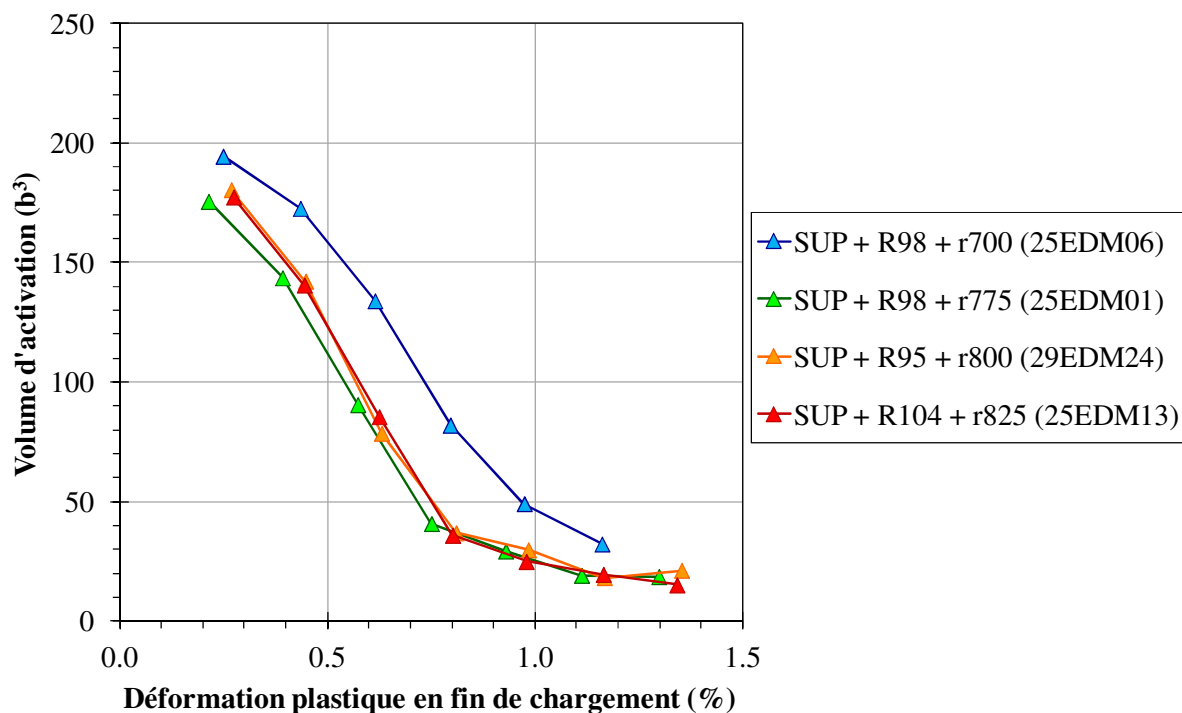


Figure 38 : Variation du volume d'activation en fonction de la déformation plastique initiale (en fin de chargement / début de relaxation) – Influence du revenu.

## E4. Faciès de rupture

Trois éprouvettes se sont rompues avant la fin de l'essai de fatigue-relaxation. Il s'agit :

- de la microstructure issue du traitement thermique subsolvus (éprouvette 25EDM10, SUB + R100 + r750),
- de la microstructure issue du traitement supersolvus suivi du revenu à la température la plus basse (éprouvette 25EDM06, SUP + R100 + r700),
- et de la microstructure issue du traitement supersolvus suivi du refroidissement à la vitesse la plus élevée (éprouvette 25EDM21, SUP + R230 + r775).

Les faciès de rupture ont été examinés en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage. Les observations sont présentées Figure 39.

Le faciès de l'éprouvette issue du traitement subsolvus (SUB + R100 + r750) révèle un amorçage interne.

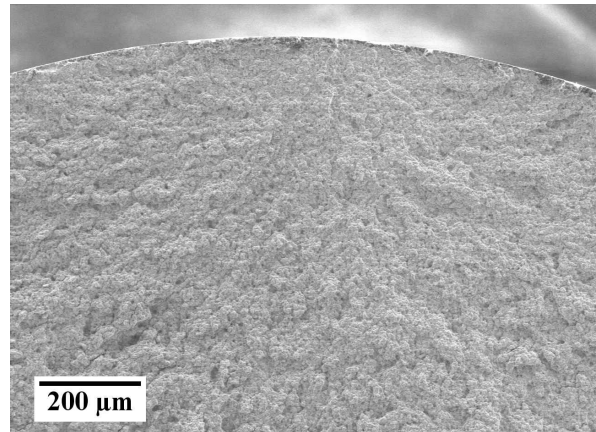
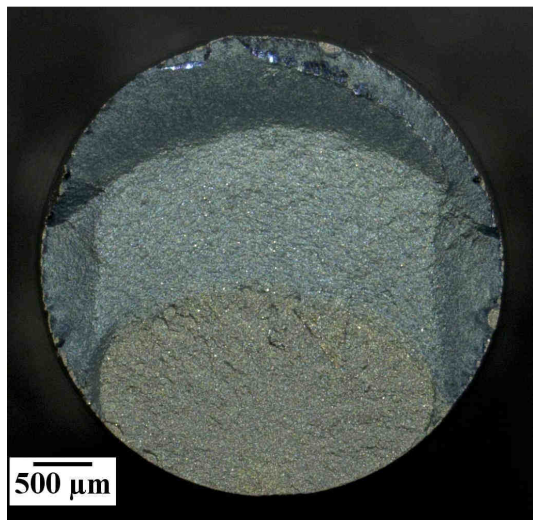
Les faciès des deux autres éprouvettes révèlent un amorçage en surface, soit unique comme dans le cas des éprouvettes issues du traitement supersolvus suivi d'un revenu à basse température (SUP + R100 + r700), soit multiple comme dans le cas de l'éprouvette issue du traitement thermique supersolvus suivi de la vitesse de refroidissement rapide (SUP + R230 + r775). Cet amorçage multiple indique une sensibilité à l'environnement accrue.

A partir des observations effectuées, il n'a pas été possible de déterminer la nature du site d'amorçage.

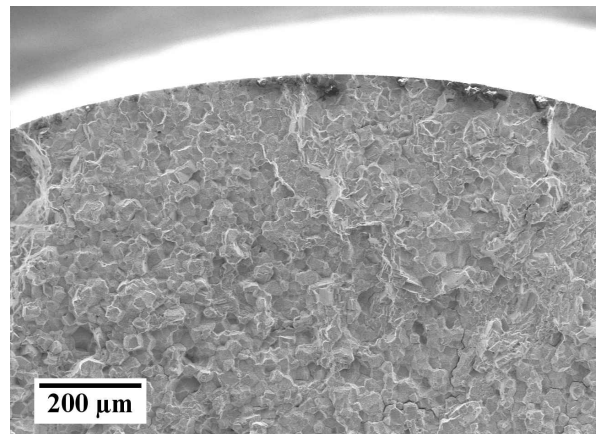
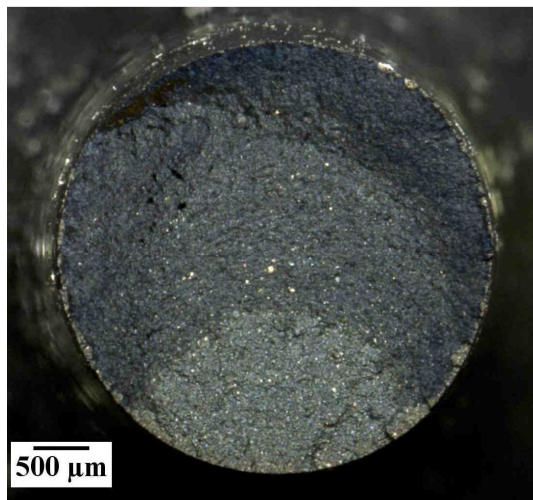
Au-delà de quelques microns vers l'intérieur de l'éprouvette, la propagation de fissure est intergranulaire, dans les microstructures à gros grains issues des traitements supersolvus (SUP + R100 + r700 et SUP + R230 + r775), comme dans la microstructure à grains fins issue du traitement subsolvus (SUB + R100 + r750).

On notera que l'éprouvette qui présente un amorçage multiple (SUP + R230 + r775, 25EDM21) s'est rompue au cours du chargement du 6<sup>ème</sup> cycle du niveau à 2 % de déformation totale, tandis que les deux autres éprouvettes se sont rompues au cours du chargement du 15<sup>ème</sup> cycle du niveau à 1.8 % de déformation totale (SUP + R100 + r700, 25EDM06) et au cours du chargement du 16<sup>ème</sup> cycle du niveau à 1.8 % de déformation totale (SUB + R100 + r750, 25EDM10).

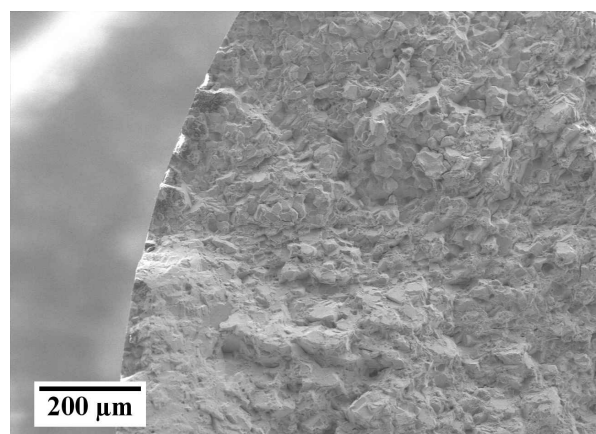
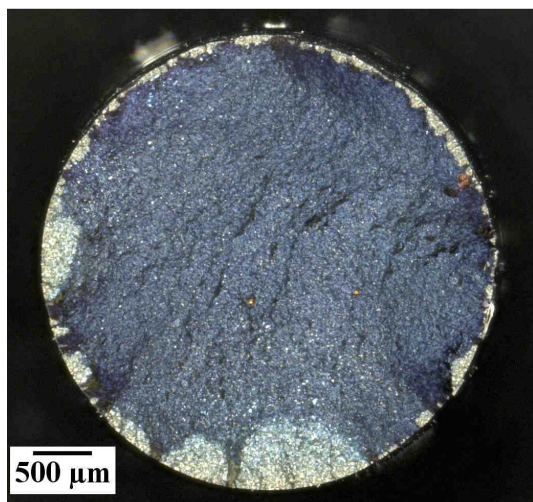




25EDM10



25EDM06



25EDM21

Figure 39 : Observations des faciès de rupture en microscopie optique (focus-stacking) et en microscopie électronique à balayage après essais de fatigue-relaxation à 650°C.







## Effet des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un superalliage base nickel élaboré par métallurgie des poudres

**RÉSUMÉ :** L'alliage N19 est un superalliage base nickel, élaboré par métallurgie des poudres, qui a été développé récemment en vue d'une application pour disques de turbine aéronautique. L'objectif de cette étude est d'optimiser la microstructure de cet alliage en agissant sur les paramètres de traitements thermiques pour améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage. Une bonne compréhension des relations entre les paramètres de traitements thermiques et la microstructure, d'une part, et, des relations entre la microstructure et les propriétés mécaniques, d'autre part, est donc nécessaire. De nombreux traitements thermiques ont été appliqués à l'alliage N19 pour évaluer l'effet de la température de mise en solution, des conditions de refroidissement et de la température de revenu sur la taille de grains, et sur la taille et la distribution des précipités  $\gamma'$ . L'observation des microstructures en microscopie électronique à balayage et en transmission a permis d'évaluer l'effet des différentes étapes du traitement thermique sur les caractéristiques microstructurales de l'alliage. L'effet de ces modifications microstructurales sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage à 650°C a été étudié. Les résultats de ces essais de propagation de fissure en fatigue-fluage ont été analysés à l'aide d'essais de comportement en fatigue-relaxation. Une synthèse des différentes propriétés mécaniques de l'alliage en fonction des paramètres de traitements thermiques et des caractéristiques microstructurales a été proposée.

**Mots clés :** Superalliage base nickel, traitements thermiques, précipités gamma prime, propagation de fissure en fatigue-fluage, fatigue-relaxation.

## Effect of heat treatment parameters on the microstructure and on the mechanical properties of a powder metallurgy nickel-base superalloy

**ABSTRACT :** The N19 alloy is a powder metallurgy nickel-based superalloy which has recently been developed for aircraft engine turbine disks. The aim of this study is to optimize the N19 microstructure through the adjustment of the heat treatment parameters in order to enhance the mechanical properties of this alloy. A good understanding of the relationships between the heat treatment parameters and the microstructure, and between the microstructure and the mechanical properties is required. Numerous heat treatments were applied to the alloy to investigate the effect of the solutionizing temperature, the cooling path, and the ageing temperature on the grain size, and on the  $\gamma'$  precipitates size and distribution. The observation of the microstructures using scanning electron microscopy and transmission electron microscopy supports the analysis of the heat treatment parameters effects on the microstructural features of the alloy. The effect of the microstructural modifications on the creep fatigue crack growth rate at 650°C was studied. The results of the creep fatigue crack growth tests were analyzed using cyclic stress-relaxation tests. A synthesis of the various mechanical properties of the alloy according to the heat treatment parameters and microstructural features is proposed.

**Keywords :** Nickel-base superalloy, heat treatments, gamma prime precipitates, creep fatigue crack growth, cyclic stress-relaxation